

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava

Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství

Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

Slitiny Ni-Al-Zr

-

strukturní a mechanické charakteristiky

Ni-Al-Zr alloys – structural and mechanical characteristics

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Marek Št'astný**
Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství
Studijní obor: 3911T036 Progresivní technické materiály
Téma: **Slitiny Ni-Al-Zr – strukturní a mechanické charakteristiky**
Ni-Al-Zr alloys – structural and mechanical characteristics
Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Zpracování literární rešerše o problematice slitin na bázi niklu se zaměřením na:

- základní charakteristiku slitin na bázi Ni3Al v litém a usměrněném stavu
- možnosti zlepšení mechanických charakteristik IC slitin
- mechanické charakteristiky vybraných Ni slitin – tlakové zkoušky

2. Experimentální část

- příprava vzorků na hodnocení strukturních a mikrostrukturních charakteristik
- hodnocení získaných mechanických charakteristik experimentálních slitin v tlaku

Seznam doporučené odborné literatury:

- [1] WESSEL, J. K. The Handbook of Advanced Materials. Hoboken, 2004, 645 s.
[2] SMALLMAN, R. E., NGAN, A. H. W. Physical metallurgy and advanced materials. Oxford, 2007, 650 s. ISBN: 978-0-7506-9906-1.
[3] HERNAS, A., JONŠTA, Z. et al. Žárupevné oceli a slitiny. Žilina, 2002, 392 s.

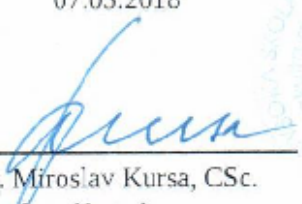
Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D.**

Konzultant diplomové práce: Ing. Martin Pohludka, Ph.D.

Datum zadání: 30.11.2017

Datum odevzdání: 07.05.2018


prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc.
vedoucí katedry


prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty

Zásady pro vypracování diplomové práce

I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání diplomové práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 6. Obsah DP |
| 2. Originál zadání DP | 7. Textová část DP |
| 3. Zásady pro vypracování DP | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 9. Přílohy |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | |

ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry.

ad 2) Originál zadání DP student obdrží na své oborové katedře.

ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“ následují za originálem zadání DP. („Zásady pro vypracování diplomové práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).

ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.

ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 6) Obsah DP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 7) Textová část DP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
- Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.

DP bude zpracována v rozsahu min. cca 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury).

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující **doporučené** úpravy - písmo Times New Roman 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost. Matematické vzorce musí být číslované (v kulatých závorkách). U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury. Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

ad 8) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. **Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690.** Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

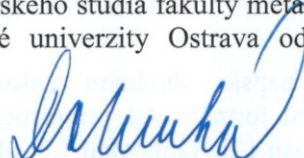
dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě. Po vložení DP do IS EDISON bude provedena její kontrola na plagiátorství.

IV.

Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování diplomové práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem magisterského, resp. navazujícího magisterského studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2017/2018.

Ostrava 13. 11. 2017


Prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava


PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- беру на ведо́мí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- беру на ведо́мí, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě 25.4.2018


.....
podpis (jméno a příjmení studenta)

Poděkování

Velmi děkuji paní doc. Ing. Jitce Malcharczikové, Ph.D. za obrovskou trpělivost, cenné rady, podněty, připomínky a za odborné vedení při tvorbě této diplomové práce. Děkuji rovněž panu Ing. Martinu Pohludkovi, Ph.D. za odbornou pomoc a podporu při přípravě experimentálních vzorků použitých do této práce.

Při řešení této práce bylo využito zařízení, pořízené v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/01.0040 “Regionální materiálově technologické výzkumné centrum” – zařízení na odstředivé odlévání kovů a slitin Supercast 13, řádkovací elektronový mikroskop QUANTA FEG 450 vybavený sondou APOLLO X, plastometr Gleeble 3800 a zařízení na usměrněné tuhnutí kovů a slitin Linn FRV-5-40/550/1900.

Práce byla zpracována díky podpoře projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – program udržitelnosti“ financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky a projektů SP 2018/100 “ Příprava a optimalizace vlastností slitin pro automobilové, elektrotechnické a biomedicinské aplikace a možnosti jejich recyklace”, SP 2018/60 “Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství“.

Abstrakt

První část této diplomové práce je o seznámení se s niklovými slitinami, superslitinami a intermetalickými slitinami typu Ni_3Al . Dále jsou v první části popsány vlastnosti a použitelnost jmenovaných materiálů.

Druhá část této diplomové práce se zabývá experimentálními tlakovými zkouškami, strukturou, mikrotvrdostí a pórovitostí slitin na bázi Ni-Al-Zr v usměrněném a litém stavu. K přípravě slitin s litou strukturou byly použity metody gravitačního i odstředivého lití, u slitin s usměrněnou strukturou byla pro přípravu použita Bridgmanova metoda směrové krystalizace. Zkoumané Ni-Al-Zr slitiny se lišily rozdílným obsahem hliníku a zirkonia.

Klíčová slova: slitiny na bázi Ni-Al-Zr, niklové superslitiny, tlaková zkouška, struktura, mechanické charakteristiky

Abstract

In the first part of this diploma thesis we will recognize with nickel alloys, superalloys and intermetallic types Ni_3Al . The properties and usability of the mentioned materials are described in the first part of this diploma thesis too.

The second part of this diploma thesis deals with experimental compression tests, structure, microhardness and porosity of Ni-Al-Zr based alloys at as-cast and directionally solidified state. Grit and centrifugal casting were used to prepare as-cast structure, Bridgman's method was used to prepare directionally solidified structure. The investigated Ni-Al-Zr alloys differed in different aluminum and zirconium contents.

Key words: Ni-Al-Zr based alloys, nickel superalloys, compression test, structure, mechanical characteristics

Seznam použitých zkratek a veličin

<i>OZNAČENÍ</i>	<i>JEDNOTKA</i>	<i>VÝZNAM</i>
KPC (FCC)	-	kubicky plošně centrovaná mřížka
A	[%]	tažnost
R _{p0,2}	[MPa]	smluvní mez kluzu při 0,2 % plastické deformaci
R _p , R _e	[MPa]	mez kluzu
R _m	[MPa]	mez pevnosti v tahu
hm. %	[%]	hmotnostní procenta
at. %	[%]	atomární procenta
Ni ₃ Al	-	intermetalická sloučenina, aluminid niklu
ε _{max}	-	skutečná deformace odpovídající σ _{max}
σ _{max}	-	maximální hodnota skutečného napětí
LS	-	litý stav
SK	-	směrově krystalizovaný stav
SC	-	single crystal
DS	-	directionally solidified
EDS	-	energieově disperzní spektrometrie
γ	-	tuhý roztok niklu
γ'	-	fáze Ni ₃ Al
N/A	-	nedostupné (not available)

Obsah

1.	Úvod	1
2.	Nikl	2
2.1.	Mechanické a fyzikální vlastnosti niklu	2
3.	Niklové slitiny	3
3.1.	Historie niklových slitin	4
3.2.	Rozdělení niklových slitin	4
3.2.1.	Žáruvzdorné niklové slitiny	4
3.2.2.	Korozivzdorné niklové slitiny	6
3.2.3.	Niklové slitiny se speciálními vlastnostmi	7
3.3.	Vliv jednotlivých legujících prvků v niklových slitinách	8
4.	Intermetalické slitiny na bázi Ni_3Al	9
4.1.	Mechanické vlastnosti Ni_3Al	10
4.2.	Použití slitin na bázi Ni_3Al	12
4.3.	Příprava slitin na bázi Ni_3Al	13
4.3.1.	Odlévání a tavení	14
4.3.2.	Rychlá solidifikace	16
4.3.3.	Prášková metalurgie	16
5.	Slitiny niklu s usměrněnou strukturou	17
5.1.	Monokrystalické slitiny	18
5.2.	Slitiny s kolumnárně usměrněnou strukturou	19
5.3.	Metody výroby slitin s usměrněnou strukturou	20
5.3.1.	Směrová krystalizace	20
5.3.2.	Bridgmanova metoda	22
5.3.3.	Směrová krystalizace pro výrobu lopatek turbín	23
5.3.4.	Zonální tavení	23
6.	Slitiny typu Ni-Al-Zr	25
7.	Cíle práce	27
8.	Praktická část	28
8.1.	Příprava vzorků	28
8.2.	Makrostruktura vzorků	30
8.2.1.	Lité vzorky	30
8.2.2.	Směrově krystalizované vzorky	32
8.3.	Mikrostruktura vzorků	34

8.4.	Fázová analýza vzorků.....	39
9.	Hodnocení mikrotvrdosti a pórovitosti vzorků.....	46
9.1.1.	Mikrotvrdost.....	46
9.1.2.	Pórovitost.....	48
9.2.	Tlakové zkoušky vzorků.....	49
9.2.1.	Podmínky tlakové zkoušky.....	49
9.2.2.	Výsledky tlakových zkoušek.....	50
9.2.3.	Mikrostruktura a makro slitin po tlakových zkouškách.....	57
10.	Závěr.....	62
11.	Zdroje a literatura.....	63

1. Úvod

Od raných počátků své existence lidstvo používá a objevuje široké množství různých materiálů. Jedna z nejdůležitějších skupin materiálů pro lidstvo jsou kovy a jejich slitiny. Během evoluce lidstva dochází k vývoji celé škály kovových materiálů, v souvislosti se samotným pokrokem, rostoucími potřebami a vznikem nových možností.

V dnešní době je možné vyrábět materiály s takovými vlastnostmi, o kterých lidé v dávných dobách pouze snili a přemítali, jaké to bude asi v budoucnosti... Neustále navyšující se požadavky na konstrukční a speciální materiály vedou k vývoji dalších nových materiálů, které vykazují lepší vlastnosti než jejich starší předchůdci.

Předmětem této práce jsou niklové slitiny, které je možné uplatnit ve velmi širokém a různorodém průmyslovém spektru. Uplatnění těchto slitin počíná v automobilovém průmyslu, pokračuje v energetickém, chemickém průmyslu a nese se přes hojné využití v lékařství, letectví i kosmonautice, a to je jen „špička“ obrovského ledovce uplatnění niklových materiálů. Niklové slitiny jsou oproti slitinám z jiných kovů lehčí, odolnější, korozivzdorné, dostatečně pevné, mají dobré chování za vysokých teplot, mohou být feromagnetické, a dokonce nebývají ekonomicky moc náročné. Dnešní doba společně s celkovým vývojem klade na niklové slitiny vysoké požadavky, z obyčejných niklových slitin se staly „superslitiny“.

Jako superslitiny se označují slitiny, které mají kombinace určitých speciálních vlastností a schopností zároveň. K průmyslově nejžádanějším materiálům patří niklové superslitiny s intermetalickou sloučeninou Ni_3Al ve své struktuře. Tato sloučenina vyniká vysokou pevností, odolností vůči vysokoteplotní oxidaci, nízkou hustotou, i vysokou teplotou tavení, a dokonce je schopna pomoci legování jinými prvky dosáhnout dalších kombinací speciálních vlastností. Superslitiny na bázi niklu jsou velmi důležitou skupinou materiálů s vysokým potenciálem použitelnosti a uplatnění. Dokáží si zachovat své „super“ mechanické vlastnosti i korozivzdornost při vysokých teplotách, a to není v mnoha odvětvích průmyslu na škodu.

Tato diplomová práce se skládá ze dvou částí – teoretické a experimentální. Teoretická část se zabývá niklovými slitinami, superslitinami a intermetalickými slitinami v oblastech jejich výroby, vlastností a použití. Experimentální část se zabývá stanovením mechanických vlastností slitin na bázi Ni-Al-Zr, tlakovými zkouškami, mikrotvrdostí, pórovitostí a popisem mikrostruktury těchto jmenovaných slitin v usměrněném a litém stavu.

2. Nikl

Nikl je stříbřitě bílý lesklý kov. Patří k přechodným neželezným kovům a krystalizuje v KPC mřížce. Na Zemi se řadí na 7. místo v četnosti výskytu, odhaduje se, že obsah niklu v zemské kůře je 100 mg/kg, avšak v přírodě se v ryzí formě nachází jen zřídka.

Nejstarší známé použití niklu člověkem je datováno přibližně 3500 let př.n.l. na území dnešní Sýrie. Starověké čínské rukopisy z období 1700 př.n.l. nikl označují jako „bílou měď“. „Bílá měď“ byla v 17. století n.l. poprvé dovezena do Evropy. V roce 1751 švédský mineralog a chemik A. F. Cronstedt náhodou při izolaci mědi ze slitiny poprvé izoloval nikl, a tím jej objevil. Roku 1775 se poprvé podařilo připravit čistý nikl chemiku T. Bergmanovi, který přesněji také popsal povahu niklu.

Do roku 1829 se nikl získával ze slitiny mědi a niklu (kuproniklu), poté se začal získávat jako vedlejší produkt při výrobě kobaltu. Dnes se nikl získává z nalezišť niklových rud pomocí reakcí s kyslíkem a uhlíkem.

S niklovými materiály se dnes můžeme setkat ve všech průmyslových odvětvích, nejvíce se používá v materiálovém průmyslu pro svou antikorozi ochranu, v ocelářském průmyslu jako legující prvek, v elektrotechnickém průmyslu jako přísada do galvanických článků, dále pak v jaderném, potravinářském, lodářském, leteckém a automobilovém průmyslu [1, 2].

2.1. Mechanické a fyzikální vlastnosti niklu

Hlavní výhodou niklu je jeho vysoká atmosférická korozní odolnost, odolnost v mnoha vodných a solných roztocích, i odolnost v alkalických prostředích. Koroze niklu je zastavena během probíhajícího děje samotné koroze, a to pomocí vzniku oxidických vrstviček na povrchu materiálu. Tyto vrstvičky oxidů na povrchu materiálu zabraňují dalšímu rozvoji koroze a pokrývají materiál kompaktním „obalem“.

KPC mřížka zaručuje ryzímu niklu dobrou tvářitelnost za nízkých i vysokých teplot. Další výhodou niklu je, že je feromagnetický kov spolu s kobaltem a železem, avšak magnetické chování niklu je závislé na teplotě. S rostoucí teplotou magnetismus niklu slábne, až do teploty 358 °C (Curierova teplota), po překročení této teploty magnetismus zcela ustává.

Technicky čistý nikl (označován NICKEL 200) je materiál o vysoké čistotě s obsahem niklu

minimálně 99 %. Tento materiál disponuje výbornými mechanickými vlastnostmi a odolností vůči korozi [1, 3]. Souhrn vybraných fyzikálních a mechanických vlastností technického niklu (NICKEL 200) je uveden v tab. 1.

Tab. 1 Vybrané mechanické a fyzikální vlastnosti niklu (NICKEL 200) o čistotě 99 % [1, 4]

HUSTOTA [g·cm⁻³]	8,908
TEPLOTA VARU [°C]	2913
TEPLOTA TÁNÍ [°C]	1435–1446
CURIEROVA TEPLOTA [°C]	355–360
TEPELNÁ VODIVOST [W·m⁻¹·K⁻¹]	90,9
TEPLOTNÍ ROZTAŽNOST (při 25 °C) [μm·(m·K)⁻¹]	13,4
MĚRNÝ ELEKTRICKÝ ODPOR (při 20 °C) [nΩ·M]	69,3
TVRDOST VICKERS [MPa]	638
TVRDOST BRINELL [MPa]	700
YOUNGŮV MODUL [GPa]	200
MODUL PRUŽNOSTI VE SMYKU [GPa]	76
POISONOVO ČÍSLO	0,31
PEVNOST V TAHU [MPa]	462–475
PRODLOUŽENÍ DO PŘERUŠENÍ [%]	45–48

3. Niklové slitiny

Dnes je známo široké spektrum niklových slitin. Hnací silou vývoje nových slitin a zdokonalování stávajících slitin je vysoká potřeba různých odvětví průmyslu na stále nové požadavky a vlastnosti materiálu. Nikl se řadí mezi chemické prvky, které zajišťují metalurgickou stabilitu, protikorozi ochranu, zlepšení svařitelnosti a vylepšení jiných mechanických vlastností materiálu.

Nejčastěji se můžeme setkat s legováním niklu Cr, Cu, Mo, Fe a Zr. Doménou těchto prvků je, že u slitiny zlepšují odolnost proti oxidaci (i za vyšších teplot) a celkovou odolnost proti kyselinám, chloridům. Pro vylepšení pevnostních charakteristik se do niklových slitin přidává Ti, Al, Co, Nb a W [5].

3.1. Historie niklových slitin

Rostoucí kritéria na vlastnosti materiálů vedly v minulosti k rozvoji mnoha typů nových slitin. Z důvodu vysokých pevnostních a korozních charakteristik se započalo s rozvojem niklových slitin, které dostaly později označení superslitiny. Zvyšování pevnostních a korozních charakteristik niklových slitin bylo dosaženo upravením chemického složení, typem výroby a tepelným zpracováním slitin [5].

Vývoj niklových superslitin začal počátkem 20. století v USA. Roku 1901 byla vynalezena první niklová superslitina – MONEL K-500. Jednalo se o slitinu na bázi niklu-mědi s přídavkem hliníku, titanu a uhlíku. Ve 40. letech 20. století byla ve Velké Británii vynalezena slitina na bázi niklu-chromu s dnešním označením NIMONIC 75. V průběhu času docházelo ke zdokonalování výrobních procesů. V 50. letech minulého století se začaly superslitiny vyrábět vakuovým tavením, čímž bylo dosaženo menší kontaminace a vyšší čistoty slitiny. Vylepšení jednotlivých superslitin přinesla následná směrová krystalizace, přídavky legujících prvků, mechanické zpevnění a zdokonalení tepelného zpracování [5, 6].

3.2. Rozdělení niklových slitin

Slitiny niklu rozdělujeme na základě jejich použití, složení, legujících prvků, korozivzdornosti, žáruvzdornosti nebo podle jejich jedinečných vlastností.

3.2.1. Žáruvzdorné niklové slitiny

Žáruvzdorné slitiny slouží k tomu, aby svými vlastnostmi odolávaly vysokoteplotnímu creepu (tečení) a vysokoteplotním reakcím s plyny. Standardní žáruvzdorné slitiny mají označení NIMONIC, nejstaršími zástupci této skupiny jsou slitiny s označením NiCr20TiAl (75 % Ni; 20 % Cr; 3 % Ti a 0,1 % C) a NIMONIC 75 (75 % Ni; 19,5 % Cr; 0,4 % Ti; 0,15 % Al; 2,5 % Fe; 0,12 % C). Jedná se o precipitačně zpevněné slitiny titanem a uhlíkem. V minulosti nedokonalá technologie odlévání způsobila, že obsah zpevňující fáze byl příliš malý.

Následoval vývoj nové slitiny pod označením NIMONIC 80 A, která se používala na lopatky plynových turbín, dále pak zdokonalením vznikla slitina NIMONIC 115, u které došlo k přidání dvou legujících prvků – Co a Mo, což zapříčinilo snížení energie vrstevné chyby. Slitiny NIMONIC se používají pro díly plynových turbín (lopatky, kroužky, šrouby a disky),

dále se používají na držáky parního potrubí v jaderných generátorech, vložky a jádra při odlévání, i na výfukové ventily ve spalovacích motorech.

Další známé žáruvzdorné slitiny jsou INCONELY. Nejčastěji se jedná o slitiny niklu a chromu i jiných legujících prvků jako jsou titan, železo, tantal, molybden, hliník, wolfram a niob. Jedná se o materiály, u kterých lze dosáhnout precipitačního zpevnění. INCONELY se využívají v leteckém průmyslu, ve spalovacích turbínách, v raketových motorech, v jaderném průmyslu a také při extrakci ropy a plynu.

U žáruvzdorných materiálů je nejdůležitějším legujícím prvkem chrom, který zvyšuje korozní odolnost a samozřejmě žáruvzdornost. Obsah chromu v žáruvzdorných niklových slitinách bývá v rozmezí 15 až 30 % v obsahu slitiny. Korozní odolnost a lepší pevnostní charakteristiky za zvýšených teplot se také dosahují přidavkem molybdenu. Železo se do žáruvzdorných slitin přidává pro zpevnění tuhým roztokem, a hlavně pro snížení celkové ceny materiálu. Hliník i titan se přidávají do žáruvzdorných slitin za účelem precipitačního vytvrzení tvorbou intermetalické fáze $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, tato fáze se označuje jako γ' . Ostatní legující prvky mají za úkol zlepšit pevnostní charakteristiky za vysokých teplot, zpevněním tuhého roztoku a tvorbou stabilních karbidů. Některé niklové slitiny mohou být zpevněny také stabilními oxidy [8, 9]. Chemické složení vybraných žáruvzdorných slitin je uvedeno v tab. 2 a mechanické vlastnosti jsou uvedeny v tab. 3.

Tab. 2 Chemické složení vybraných žáruvzdorných slitin [10, 11]

<i>SLITINA</i>	<i>CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]</i>									
	Ni	Cr	Ti	Al	Fe	C	Zr	Mo	Co	Nb
NIMONIC 75	75	19,5	0,4	0,15	2,5	0,12	-	-	-	-
NIMONIC 80 A	73	19,5	2,25	1,4	1,5	0,05	-	-	1	-
NIMONIC 115	55	15	4	5	1	0,2	0,04	4	15	-
INCONEL 600	76	15,5	-	-	8	0,08	-	-	-	-
INCONEL 625	61	21,5	0,2	0,2	2,5	0,05	-	9	-	3,6
INCONEL 713 C	74	12,5	0,8	6	-	0,12	0,1	4,2	-	0,9
INCONEL 725	57	21	1,5	0,35	9	0,03	-	8	-	3,5
INCONEL 738	61,5	16	3,4	3,4	-	0,17	0,1	1,75	8,5	2
INCONEL X-750	73	15,5	2,5	0,7	7	0,04	-	-	-	1

Tab. 3 Mechanické vlastnosti vybraných žáruvzdorných materiálů při teplotě 20 °C [10, 11]

<i>SLITINA</i>	<i>R_e</i>	<i>R_m</i>	<i>A</i>
	[MPa]	[MPa]	[%]
NIMONIC 75	285	745	40
NIMONIC 80 A	620	1000	39
NIMONIC 115	865	1240	27
INCONEL 600	285	660	45
INCONEL 625	490	965	50
INCONEL 713 C	740	850	8
INCONEL 725	917	1241	30
INCONEL 738	950	1095	0
INCONEL X-750	815	1200	27

3.2.2. Korozivzdorné niklové slitiny

Korozivzdorné slitiny se rozdělují na slitiny Ni-Cu a Ni-Mo. Slitiny na bázi Ni-Cu se obchodně označují jako MONELY, slitiny na bázi Ni-Mo mají označení HASTELLOY. Prvky v MONELECH mají mezi sebou vzájemnou rozpustnost, a tak tvoří tuhý roztok. Mechanické vlastnosti MONELŮ jsou závislé na chemickém složení slitiny, na způsobu tepelného a jiného zpracování. MONELY jsou poměrně plastické a méně pevné, protože se podobají čistému niklu. Některé MONELY s obsahem hliníku lze precipitačně vytvrdit, a tím dosáhnout lepších mechanických charakteristik (například MONEL K-500). Zvláštní slitinou (výše uvedenou) je precipitačně vytvrzený MONEL K-500, který se vytvrzuje příměsemi prvků Al a Ti, a poté se v něm tvoří intermetalická fáze $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$.

MONELY se používají na konstrukci čerpadel, pružin, lodních šroubů, nádrží na palivo i vodu, nádob do atomového průmyslu, výměníky tepla i vzdušná zařízení pro horký vzduch.

Slitiny HASTELLOY obsahují 25–32 % molybdenu a používají se hlavně v chemickém průmyslu. Příčinou použití HASTELLOY slitin v chemickém průmyslu je jejich vysoká stálost a chemická odolnost proti kyselinám [12]. Složení vybraných MONELŮ a HASTELLOY slitin je uvedeno v tab. 4, mechanické vlastnosti vybraných slitin jsou uvedeny v tab. 5.

Tab. 4 Chemické složení vybraných korozivzdorných slitin [10, 11]

SLITINA	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]									
	Ni	Cu	Cr	Mo	Fe	C	Si	Mn	Al	S
MONEL 400	63	28–34	-	-	2,5	0,3	0,2	2	-	0,024
MONEL K-500	63	27–33	-	-	2	0,25	0,5	1,5	2,3–3,2	0,01
HASTELLOY S	67	-	15,5	15,5	1	0,02	-	-	0,2	-
HASTELLOY X	49	-	22	9	15,8	0,15	-	-	2	-

Tab. 5 Mechanické vlastnosti vybraných korozivzdorných materiálů při 20 °C [7, 10, 11]

SLITINA	R_e	R_m	A
	[MPa]	[MPa]	[%]
MONEL 400	380–690	580–827	22–40
MONEL K-500	655–1103	931–1310	15–30
HASTELLOY S	455	845	49
HASTELLOY X	360	785	43

3.2.3. Niklové slitiny se speciálními vlastnostmi

Niklové slitiny také nacházejí své uplatnění jako speciální magnetický materiál. Zvyšující obsah niklu a kobaltu v matrici niklové slitiny zvyšuje počáteční permeabilitu materiálu.

Optimální magnetické vlastnosti vznikají při obsahu niklu od 80 % a výš. Mezi nejznámější slitiny řadíme slitiny typu PERMALLOY (80 % Ni a 20 % Fe). Se slitinami typu PERMALLOY se můžeme setkat jako s výkonným stíněním nízkofrekvenčních magnetických polí, jako s jádrem transformátorů nebo při výrobě čidel a snímačů. O něco lepší vlastnosti mají slitiny typu SUPERMALLOY, díky obsahu železa (do 16 %) a molybdenu (okolo 5 %). Slitiny SUPERMALLOY se používají například k výrobě miniaturních magnetických obvodů a komponentů pro komunikační technologie.

Slitiny s obsahem 50 % Ni; 0,15 % C a zbytkem obsahu Fe řadíme do skupiny slitin nazývané KOVAR. Speciální vlastností slitin typu KOVAR je, že mají koeficient teplotní roztažnosti velmi podobný koeficientu roztažnosti porcelánu a skla, z toho vyplývá použití

slitin za vyšších teplot. Slitiny KOVAR se používají do trubíc mikrovlnných trub, transistorech, jako ploché spoje a dále pak v některých žárovkách a diodách.

Mezi méně známé niklové slitiny řadíme NICHROM, který se používá například jako odporový drát i topný element, a CHROMEL, který nachází své uplatnění v kosmickém průmyslu [13].

3.3. Vliv jednotlivých legujících prvků v niklových slitinách

Různé kombinace legujících prvků jsou přimíchávány do niklových slitin za účelem úpravy a vylepšení vlastností materiálu. Legování napomáhá ke změně pevnostních charakteristik, odolnosti vůči korozi, odolnosti vůči tečení za vysokých teplot (creepu), a také například ke změně únavového chování.

Z pohledu působení legujících prvků na strukturu niklových litin, dělíme prvky do pěti základních skupin [5, 7, 13]:

- 1) prvky pro zpevnění matrice-tuhý roztok γ ,
- 2) prvky vytvářející intermetalickou fázi γ' (A_3B),
- 3) prvky, které ovlivňují strukturu hranic zrn,
- 4) prvky tvořící fáze karbidů a boridů,
- 5) nežádoucí příměsi.

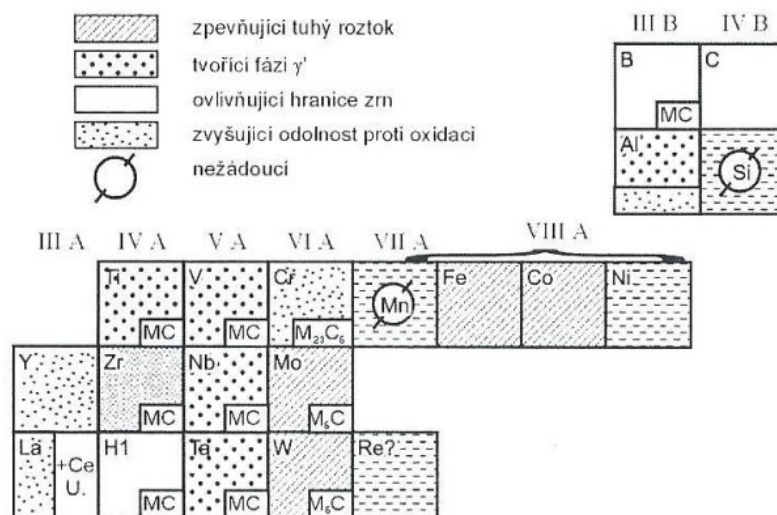
Rozpustnost legujících prvků v niklových slitinách je převážně ovlivněna koncentrací niklu v matici zkoumané slitiny. Niklovou matici je možné z části nahradit železem, ale to vede ke snížení žáruvzdornosti a tvorbě nežádoucích intermetalických fází. Velmi důležitým prvkem pro niklové slitiny z hlediska mikrostruktury je hliník. Přidáním hliníku dochází k vyloučení zpevňující intermetalické fáze γ' - ve složení Ni_3Al .

Dalším důležitým prvkem pro niklové slitiny je chrom. Chrom vytváří vysoce stabilní karbid $Cr_{23}C_6$, který se u niklových slitin objevuje na hranicích zrn a nedokonalostech struktury, což zapříčiňuje odolnost vůči vysokoteplotnímu tečení. Další předností chromu je, že pozitivně ovlivňuje pevnost matrice, a rovněž zvyšuje odolnost vůči vysokoteplotní oxidaci.

Pro zpevnění niklové matrice tuhým roztokem se používá také těžce tavitelný wolfram a molybden. Tyto prvky spolu s uhlíkem vytvářejí karbidy W_6C a Mo_6C , dále pak mohou

utvořit borid Mo_3B_2 (za přítomnosti bóru). Převážné množství wolframu a molybdenu se váže v intermetalické fázi γ' . Dobrému rozmístění karbidů ve slitině napomáhá mangan.

Hliník ve fázi γ' je možné nahradit vanadem, titanem, tantalem i niobem. Vyšší obsahy těchto prvků pomáhají ke vzniku nestabilních karbidů, které se mohou rozpouštět za zvýšených teplot, což je nežádoucí. Vysokoteplotní tečení je možné ovlivnit přidáním zirkonia, bóru nebo hafnia, a to v koncentracích maximálně do 0,05 hm. % zirkonia; 0,02 hm. % bóru; a do 2 hm. % hafnia. Tyto jmenované prvky mají zásadní vliv na morfologii precipitátů na hranicích zrn. Hořčík zlepšuje mechanické vlastnosti niklových slitin, křemík zlepšuje žáruvzdornost, ale až od obsahu nad 0,2 hm % [5, 7, 13]. Přehled vybraných legujících prvků a jejich vliv na strukturu niklových slitin ukazuje obr. 1.



Obr. 1 Přehled vybraných legujících prvků a jejich vliv na strukturu niklových slitin [7]

4. Intermetalické slitiny na bázi Ni_3Al

Důležitou skupinou slitin niklu jsou intermetalické slitiny, u kterých je vývoj zaměřen na zlepšení tažnosti a modifikaci lomové struktury. V minulosti se u těchto slitin vyskytla velká nedokonalost v podobě nízké tažnosti, vzniklé důsledkem křehkého lomu, aby se dosáhlo tvárného lomu, bylo zapotřebí navýšit tažnost materiálu. Dnes víme, že tento problém zapříčiňoval vodík a určitá vlhkost okolního prostředí. Problém byl nakonec vyřešen přidáním vhodných legujících prvků, konkrétně bóru.

Intermetalické slitiny jsou utvářeny intermetalickou fází, která je složená z minimálně dvou a více kovových prvků, tvořící uspořádanou krystalickou strukturu slitiny. Vazby mezi

atomy intermetalických sloučenin jsou kovové i kovalentní. Kovové vazby se vyskytují v kovových sloučeninách, kovalentní vazby se nachází v keramických materiálech. Od předem určeného složení atomárních vazeb se odvíjí mechanické vlastnosti, které se pohybují mezi chováním kovů a chováním keramiky. Kovy se jeví jako měkký materiál, ale o to více jsou tažné. Keramika je naopak tvrdší a ořezuvzdorná, ale oproti kovům je zase křehčí. Různorodá vnitřní struktura intermetalických slitin má výrazný vliv na pevnost a tažnost těchto materiálů.

Intermetalické slitiny s fází Ni_3Al se v dnešní době používají jako konstrukční materiály v různých aplikacích. Jedná se o skupinu slitin s označením IC-50, IC-218L Zr, IC-221M, IC-221 W, IC-396, IC-396L Zr a IC-438. Hustota u vybraných uvedených slitin je v rozmezích od $7,86 - 7,88 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Výjimkou je slitina IC-50, která má hodnotu hustoty $7,60 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [14, 15]. Chemické složení vybraných slitin je uvedeno v tab.6.

Tab. 6 Chemické složení vybraných intermetalických slitin na bázi Ni_3Al [14, 15]

SLITINA	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]					
	Ni	Al	Cr	Mo	Zr	B
IC-50	88,1	11,3	-	-	0,06	0,02
IC-218L Zr	83,1	8,7	8,1	-	0,2	0,02
IC-221M	81,1	8	7,7	1,4	1,7	0,01
IC-221 W	79,8	8	7,7	1,5	3	0,003
IC-396	80,4	8	7,7	3	0,85	0,005
IC-396L Zr	81,1	8	7,7	3	0,02	0,005
IC-438	79,5	8,1	5,2	7	0,13	0,005

4.1. Mechanické vlastnosti Ni_3Al

Vliv bóru na odolnost proti křehkému lomu i zlepšení tažnosti u intermetalických slitin na bázi Ni_3Al je podložen mnoha lety zkoumání a vývoje. Bór má velmi pozitivní vliv na síly působící na hranicích zrn, čímž slitinu ochraňuje před vodíkovou křehkostí. Rozsáhlé studie prokázali, že tažnost intermetalických slitin na bázi Ni_3Al vzroste až o 50 % přidáním 0,04 hm. % bóru. Přidání vyššího množství bóru – 0,5 at. % vede ke snížení získané zvýšené 50 % tažnosti k propadu až na 24 % tažnost (z celkové 150 % tažnosti). Zvýšené množství hliníku ve slitinách, které je nad 25 at. %, zapříčiňuje snížení tažnosti, až na minimálních 4–5 %. Bohužel tohle chování intermetalických slitin není doposud zcela objasněné.

Zirkonium a chrom zvyšují u intermetalických slitin pevnost i tažnost za vyšších teplot, dále zvyšují přilnavost oxidačních vrstev na povrchu slitin, a také zajišťují odolnost proti vysokoteplotní korozi. Chrom do 8 at. % vytváří ochrannou oxidickou vrstvu, která zabraňuje difuzi kyslíku z okolního prostředí do slitiny.

Prvky, které dále ovlivňují tažnost jsou: již jmenované zirkonium, beryllium, železo i mangan. Tyto jmenované prvky mohou v matici obsazovat polohy niklu a hliníku. Dalšími faktory ovlivňující tažnost jsou procesy přípravy a tepelného zpracování slitin [15, 16].

Mez kluzu materiálu je závislá na pozici legujícího prvku v mřížce Ni_3Al , dále potom závisí na velikosti atomů a na určitém poměru niklu a hliníku nacházející se ve slitině.

Samotné zpevnění intermetalických slitin je převážně ovlivněno legujícími prvky, které zabírají polohy hliníku v mřížce Ni_3Al , ale záleží také na velikosti a rozdílu velikostí atomů hliníku a legujících prvků. K většímu zpevnění dochází u slitin, které mají větší obsah hliníku a ve svém složení obsahují například bór, hafnium, zirkonium a titan.

Pozitivní mechanické vlastnosti intermetalických slitin jsou rovněž vylepšeny odolností vůči oxidaci a creepu. Kombinací výše uvedených vlastností řadíme slitiny IC-50, IC-221M, IC-396 a IC-438 mezi vhodné konstrukční materiály se širokým spektrem použití. Mechanické vlastnosti těchto jmenovaných slitin je možné vylepšit rafinační metodou pomocí směrové krystalizace [15, 16]. Vybrané mechanické vlastnosti slitin jsou uvedeny v následující tab. 7.

Tab. 7 Mechanické vlastnosti vybraných intermetalických slitin na bázi Ni_3Al [14, 16]

SLITINA	R_e	R_m	A
	[MPa]	[MPa]	[%]
IC-50	470	1200	40
IC-218L Zr	570	1320	42
IC-221M	555	770	14
IC-221 W	1225	1350	5
IC-396	580	825	18
IC-438	575	935	20

4.2. Použití slitin na bázi Ni_3Al

Během posledních šestadvaceti let vedly výsledky intenzivních výzkumů k vývoji i zdokonalení vlastností a chování slitin na bázi Ni_3Al . Byla vytvořena celá škála technických slitin s přísnými požadavky na složení, strukturu a výsledné vlastnosti. Kvůli podstatným výhodám jmenovaných slitin na bázi Ni_3Al oproti "klasickým" materiálům, našly tyto „super“ materiály uplatnění v mnoha úspěšných komerčních aplikacích.

V důsledku provedených výzkumů, byly v první řadě řešeny technologické problémy související s výrobou komponentů ze slitin na bázi Ni_3Al , konkrétně mnohé obtížné aspekty technologie tavení, lití, svařování a spojování.

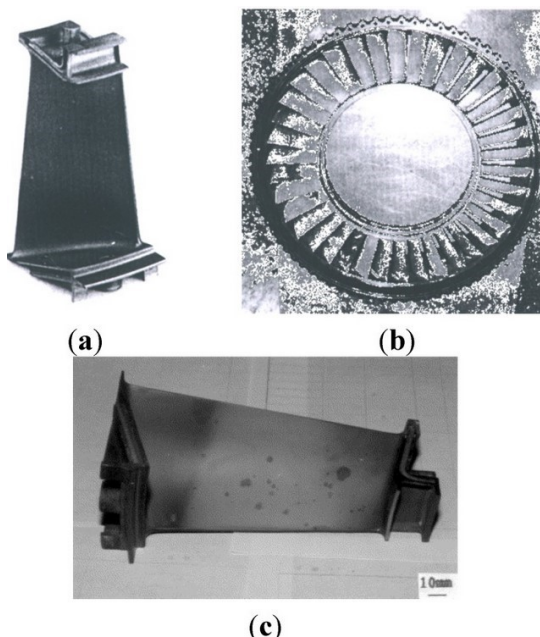
Vysoký obsah hliníku i velký rozdíl mezi teplotami tání jednotlivých prvků způsoboval potíže při udržení struktury zvolené směsi slitin, nebo mohl vést k oxidaci, či vysoké poréznosti vyráběných komponentů. V dnešní době byly tyto problémy vyřešeny, avšak je nutné dodržovat předepsané složení, technologické procesy výroby a vhodné tepelné zpracování slitin.

Klasickým příkladem použití intermetalických slitin je slitina s obchodním názvem IC-6. Jedná se o slitinu, která byla vyvinutá pro lopatky turbín do energetického průmyslu, kde v turbínovém motoru pracuje v teplotním rozsahu 1050–1100 °C, je opatřena ochranným povlakem NiCrAlYSi a testy pevnosti do přetržení za zvýšené teploty dokázali, že při 1100 °C po dobu 100 hodin je schopna vydržet zátěž až 100 MPa. Lopatka po testu je zobrazena na obr. 2. K tomuto obrázku autoři původního článku uvedli, že existence černých skvrn může být spojena s vnitřní oxidací povlaku. Následný vývoj škodlivého účinku povlaku nebyl po 379 hodinách zátěže u slitiny prokázán [17].

Automobilový průmysl hojně využívá slitiny Ni_3Al , například jako materiál pro komponenty do motorů, části turbodmychadel, těsnicí kroužky, pístní kroužky, ventily spalovacích motorů, části vstřikovačů i části výfukových systémů. Dále se můžeme setkat v automobilovém průmyslu s pokusy využití slitin na karoserie a tlumící prvky automobilů, bohužel zatím jen u značek vyšší třídy jako jsou například BMW, Mercedes, Audi a Bentley, a to z důvodu vysokých nákladů.

Mezi další oblasti použití patří ocelářský průmysl, dále pak kosmický a letecký průmysl, kde je využití komponent obdobné jako v automobilovém průmyslu. Nespornými výhodami intermetalických slitin na bázi Ni_3Al v porovnání s konvenčními konstrukčními materiály jsou [17]:

- snížení hmotnosti komponent až o 10 %,
- 2–3krát větší životnost a odolnost vůči únavě než běžné oceli,
- zlepšení tepelné odolnosti, lepší odolnost proti kavitaci a erozi,
- nevyžaduje se zesílení teplotního zpracování slitin, což znamená, že je proces výroby méně náročný.



Obr. 2 Turbínové lopatky ze slitiny IC 6 po: (a) zkoušce na 25 hodin; b) zkoušce na 250 hodin; c) zkoušce na 379 hodin [17]

4.3. Příprava slitin na bázi Ni_3Al

Technologie přípravy slitin na bázi Ni_3Al vychází ze základní přípravy hlavních majoritních složek – Ni a Al. Potenciální příprava těchto slitin přednostně závisí na vzájemném vztahu reaktivity materiálů, povaze použitých materiálů, na prostředí procesu přípravy, na podmínkách přípravy i použitém zařízení a technologii pro (teplotní) zpracování materiálu. V mnohých případech se intermetalické sloučeniny vyskytují v omezené koncentraci, abychom zachovali nejlepší vlastnosti materiálu, je nutné dodržet přesné složení a správnou technologii přípravy. Velmi důležité je během procesu výroby sledovat velikost zrn, tvorbu fází, teplotu procesu a následnou tvorbu vnitřní struktury. U zmíněných intermetalických slitin lze použít následující výrobní procesy [14]:

- tavení a odlévání,

- směrovou krystalizaci,
- práškovou metalurgii,
- rychlou solidifikaci,
- i metodu reakčního slinování.

Každá z uvedených metod má svá omezení i výhody. Mezi nejvíce používané metody výroby patří odlévání a směrová krystalizace, jež je popsána v kapitole 5. 3.

4.3.1. Odlévání a tavení

Slitina na bázi Ni_3Al , která má složení: Ni od 70 at. %, Al do 18 at. %, Cr do 9 at. %, Mo do 4 at. %, Zr do 1 at. %, a Hf do 1 at. %, může být přetavena pomocí obloukového tavení v inertním plynu, indukčního tavení na vzduchu, či elektronového tavením ve vakuu.

Během tavení intermetalických sloučenin s obsahem hliníku, vzniká ochranná vrstva Al_2O_3 , která snižuje obsah kyslíku ve slitinách tavených na vzduchu. K procesům tavení i odlévání se používají kelímky z keramických materiálů na bázi Al_2O_3 , CaO a ZrO_2 , a také kelímky z grafitu. Pokud se v taveném ingotu objevují vady, je možné je eliminovat nebo oslabit opakovaným přetavením. Následné opakované přetavení může zlepšit kvalitu povrchu, rozložení, tvar i velikost zrn, a dokonce může zvýšit chemickou čistotu přetaveného výrobku.

K významným a nejpoužívanějším metodám pro přetavování intermetalických slitin například řadíme metody: obloukového přetavení ve vakuu (možné i v inertní atmosféře), elektrostruskového tavení a směrové krystalizace.

K významným metodám lití patří hlavně kontinuální, přímé, gravitační a odstředivé lití, dále pak odlévání pásů mezi dva válce. Materiály odlévané pomocí kontinuálního lití mají méně licích vad, ale kvalita výsledného povrchu je horší. Materiál odlitý přímou metodou vykazuje lepší tvářitelnost za vyšších teplot. Při lití materiálu Ni_3Al vniká tzv. „licí pórovitost“, která lze omezit zvýšením licí rychlosti a obsahem Zr minimálně 0,7 at. % [15].

Odstředivé lití je velmi rychlá a levná technologie, dokáže se pomocí něj vyrobit rozměrově přesný odlitek. Může probíhat ve vodorovné i svislé poloze (obr. 3). Další výhodou je, že odlitky vyrobené odstředivým litím není potřeba povrchově upravovat.

Technologický postup odstředivého lití se skládá ze tří fází [15, 18, 19]: 1. fáze zahrnuje výrobu modelů, 2. fáze spočívá ve výrobě formy, 3. fáze je samotné odlití výrobku.

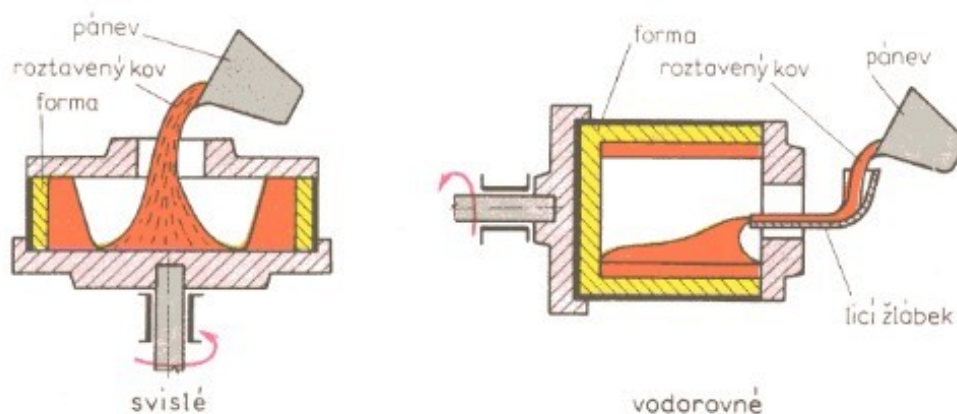
Samotný princip odstředivého lití spočívá v lití roztaveného kovu pomocí lící pánve do rychle rotující ocelové, litinové nebo grafitové formy. Vnitřní stěny formy musí být potaženy žáruvzdorným materiálem. Odstředivá síla zajišťuje potřebný tlak na roztavený kov, který napomáhá ke správnému zatečení ve formě. Odstředivým litím se vyrábějí hlavně průmyslové odlitky jako jsou těla ventilů, kapoty, zátky a třmeny [18, 19].

Gravitační lití není přesné jako odstředivé lití. Princip tohoto lití spočívá v tom, že se naplní forma roztaveným kovem, tíhou kovu ve formě a vlivem gravitační síly roztavený kov zateče do celé formy. Forma pro gravitační lití bývá z pravidla kovová, keramická nebo písková. Druh formy přímo ovlivňuje přesnost rozměrů, vlastnosti a jakost povrchu výrobku.

Pískové formy je výhodné použít pro výrobky bez vyšších požadavků na rozměry, tvar, složitost, četnost a složení. Nevýhodou pískových forem je, že se často do procesu výroby musí zařadit obrábění pro očištění, zpřesnění rozměrů a úpravu povrchu [18, 20].

Pokud je u gravitačního lití použita kovová forma, je zapotřebí ochlazovat formu, aby nedošlo k nechtěnému tepelnému zpracování materiálu formy. Ochlazování formy má pozitivní vliv na vznik jemnější struktury odlitku, která souvisí s vyšší kvalitou povrchu, a tím i s následnou vyšší kvalitou konečného produktu. Kovová forma je poměrně ekonomicky náročná, z důvodu vysokých nákladů na přesnou výrobu a následné tepelné zpracování.

Ekonomické problémy výroby pomocí konvenčních metod v dnešní době začínají okrajově řešit 3D tiskárny na kov, které pomohou s výrobou složitějších tvarů forem, avšak pořizovací cena 3D tiskárny, „doladění“ procesů tisknutí a zajištění vhodného materiálu je ekonomicky velmi náročné. U vytištěných kovových výrobků na 3D tiskárnách se také nesmí zapomenout na tepelné zpracování [18, 20]. Princip gravitačního lití zobrazuje obr. 4.



Obr. 3 Princip vodorovného (vpravo) a svislého (vlevo) odstředivého lití [19]



Obr. 4 Princip gravitačního lití do formy lopatek turbín [20]

4.3.2. Rychlá solidifikace

Rychlá solidifikace se řadí ke vhodným technologiím pro přípravu krystalických látek a kovových skel. Pro rychlé ochlazení taveniny se musí použít kovové chladicí prostředí. Během procesu solidifikace dochází k těmto následujícím jevům [5]:

- Jsou potlačeny veškeré precipitace hrubých částic, dochází ke zjemnění vyloučených precipitátů a následuje celkové zvýšení houževnatosti materiálu.
- Vznikají metastabilní fáze, veškeré difúzní procesy jsou zastaveny. Probíhá vylučování speciálních fází a rozšiřuje se oblast existence tuhého roztoku.
- Při kritické rychlosti ochlazení vznikají jemná zrna oddělená více-úhlovými hranicemi.

4.3.3. Prášková metalurgie

Prášková metalurgie se využívá převážně pro svou menší ekonomickou náročnost, která zahrnuje zejména znatelnou úsporu na vynaložené energii pro proces a minimalizaci následných post procesů, mezi které řadíme: starost o jakost povrchu a obrábění výrobku. S práškovou metalurgií jsou spojeny i procesní problémy, jako jsou: obsah nečistot a pórovitost ve směsi.

Pórovitost vznikne tehdy, když není poměr daných částic takový, aby tavitelná spojovací složka vytvářela spojující prostředí, ve kterém se obalují a smáčí částice. V našem případě je touto spojovací složkou hliník a spojovanou složkou nikl. Pórovitost může vzniknout i tehdy, pokud je při mísení nepřesná stechiometrie míchání prášků. K eliminaci zbytkové pórovitosti lze při výrobě použít metodu izostatického lisování za zvýšených teplot.

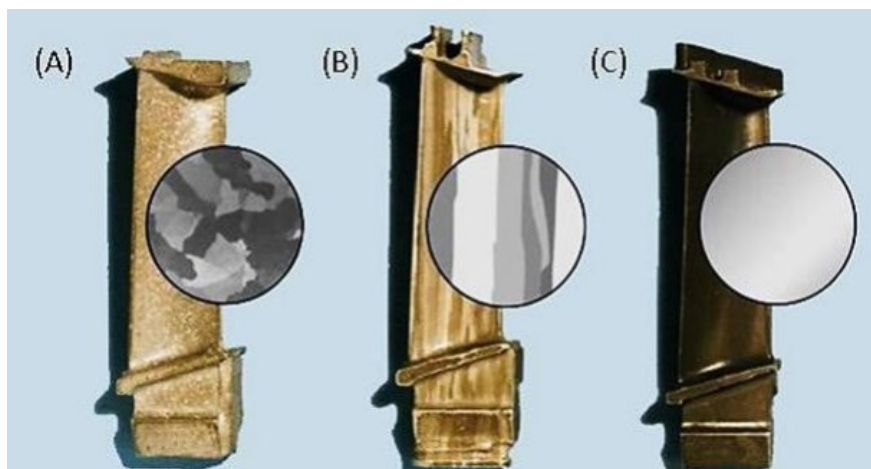
K přípravě Ni_3Al se využívají procesy obsahující samovolně šířící se vysokoteplotní syntézu, která je vyvolána tepelným impulzem působícím na materiál, a reakčním slinováním. Proces samovolně šířící se vysokoteplotní syntézy je druh přípravy práškové směsi o přesně daném chemickém složení. Během procesu se využívá silná exotermická reakce vznikající mezi složkami prášku.

Reakční slinování se provádí v peci pomocí zahřátí celého výrobku. Proces funguje na principu využití tepla při exotermické reakci [5].

5. Slitiny niklu s usměrněnou strukturou

Při jednosměrném odvádění tepla a při zachování vysokého teplotního gradientu lze získat usměrněnou strukturu materiálu [7, 21]. Tímto způsobem mohou vzniknout tři skupiny slitin, které vizuálně popisuje obr.5, a také následující popis [22]:

- **Monokrystalická struktura**, označována jako „SC struktura“ (single crystal) je tvořena jediným krystalem, čímž se eliminují hranice zrn a následně se zlepšují mechanické vlastnosti;
- **Kolumnární (sloupcovitá) struktura**, označována jako „DS struktura“ (directionally solidified), jež obsahuje zrna rovnoběžná s osou růstu krystalu;
- **Vláknité přirozené kompozity** krystalizované in-situ – jedná se o eutektické slitiny zpevněné samovolně krystalizujícími vlákny uvnitř slitiny.



Obr. 5 Detaily usměrněné mikrostruktury: (A) polykrystalická; (B) kolumnárně usměrněná; (C) monokrystalická [22]

5.1. Monokrystalické slitiny

Monokrystalické slitiny – SC slitiny (single crystal) mají strukturu tvořenou jen jedním krystalem, a to díky použití směrové krystalizace, výhodou monokrystalických slitin tedy je, že struktura je tvořena jediným krystalem bez výskytu hranic zrn. Pokud nejsou hranice zrn ve slitině obsaženy, nemusí se využívat legující prvky pro zpevnění hranic zrn (například B, C, Zr, Hf). Zajímavostí je, že snížením počtu legujících prvků u SC slitin nedochází ke zhoršení mechanických vlastností. Naopak byla zjištěna zvýšená schopnost pracovat za ještě vyšších teplot, vyšší odolnost vůči vysokoteplotní korozi a oxidaci.

V raných začátcích vývoje monokrystalických slitin se vycházelo ze známých slitin typu Mar-M 200 (budou popsány níže v kapitole 5.2.). Následný vývoj monokrystalů z jmenovaných slitin bohužel nedošel k pozitivním výsledkům, což bylo hnacím motorem k vývoji nového druhu slitin. Předním vývojem SC slitin se zabývaly společnosti jako General Electric (slitiny René), Rolls Royce (slitiny SRR a RR), Pratt & Whitney (slitiny PWA), Cannon Muskegon (slitiny CMSX) i francouzská firma Onera (slitiny AM). Z pohledu vývoje můžeme SC slitiny rozdělit na tři generace [7, 21, 23].

První generaci SC slitin otevírá první komerčně využívaná americká slitina PWA 1480, poté následovaly slitiny René N4, CMSX 2, CMSX 3, CMSX 6, SRR99, RR 2000, AM 1 a nakonec AM 3. Zajímavostí jmenovaných slitin je, že vykazují rozdílné hodnoty hustoty od 7,8 až 9,1 g·cm³. Příčinou této „anomálie“ je rozdílný a proměnlivý obsah legujících prvků a jejich rozdílné hodnoty hustot [7, 21, 23]. Složení výše uvedených slitin je uvedeno v tab.8.

Druhá generace SC slitin se vyznačuje zvýšeným obsahem legujících prvků jako jsou: W, Re, Ta a Mo. Významnou vlastností těchto slitin je i zvýšená odolnost proti vysokoteplotnímu tečení (creepu) a odolnost proti vysokoteplotní korozi v porovnání se slitinami první generace. Nutností u slitin druhé generace je zařadit do procesu výroby tepelné zpracování, jako je například rozpouštěcí žíhání a následné stárnutí. Znatelné zlepšení mechanických a technologických vlastností je možné docílit přidávkem kovů vzácných zemin, například lanthanu. Mezi SC slitiny druhé generace řadíme slitiny: PWA 1484, René N5, MSX 4 a SC 180. Chemické složení výše uvedených slitin je uvedeno také v tab.8.

Třetí generace SC slitin se zaměřuje na ještě větší odolnost vůči vysokoteplotnímu tečení. V porovnání s předchozími generacemi se třetí generace může honosit vyšší strukturní stabilitou, a hlavně 3x vyšší odolností vůči cyklicky opakované únavě. Mezi slitiny třetí generace patří: René N6, CMSX 10 K a CMSX 10 N [7, 21, 23]. Chemické složení výše uvedených slitin také vyobrazuje tab.8.

Tab. 8 Chemické složení vybraných SC slitin [23]

SLITINA	CHEMICKÉ SLOŽENÍ (MAX.) [hm. %]											
	Gen.	Ni	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Ta	Nb	Hf	Re
PWA 1480	I.	62,5	10	5	-	4	5	1,5	12	-	-	-
PWA 1484	II.	59,8	5	10	2	6	5,7	-	8,7	-	0,1	3
RENÉ N4	I.	60,5	10	8	2	6	4,2	3,5	5	0,5	0,2	-
RENÉ N5	II.	62,5	7	8	2	5	6,2	-	6	-	0,2	3
RENÉ N6	III.	59	4	12	1	6	5,8	-	7	-	0,2	5
CMSX 2	I.	65,8	8	5	0,6	8	5,6	1	6	-	-	-
CMSX 3	I.	65,7	8	5	0,6	8	5,6	1	6	-	0,1	-
CMSX 4	II.	61,7	6,5	9	0,6	6	5,6	1	6,5	-	0,1	3
CMSX 6	I.	70,4	10	5	3	-	4,8	4,7	2	-	0,1	-
CMSX 10 K	III.	69,6	2	3	0,4	5	5,7	0,2	8	0,1	-	6
CMSX 10 N	III.	69,1	1,5	3	0,4	5	5,8	0,1	8	0,1	-	7
SRR 99	I.	66,3	8	5	-	10	5,5	2,2	3	-	-	-
RR 2000	I.	61,5	10	15	3	-	5,5	4	-	-	-	-
AM 1	I.	62,6	8	6	2	6	5,2	1,2	9	-	-	-
AM 3	I.	67	8	6	2	5	6	2	4	-	-	-
SC 180	II.	60,2	5	10	2	5	5,2	1	8,5	-	0,1	3

5.2. Slitiny s kolumnárně usměrněnou strukturou

Slitiny s kolumnárně (sloupcovitě) usměrněnou strukturou neboli DS slitiny (directionally solidified) je možné také připravit metodami směrové krystalizace. Příprava DS slitin je závislá na dvou mezních faktorech, a to na: jednosměrném odvodu tepla a vysoké rychlosti tuhnutí (vysoký teplotní gradient).

Vývoj DS slitin zpočátku probíhal na klasických niklových slitinách (slitiny Mar-M), ale tudy cesta nevedla, poněvadž při směrové krystalizaci docházelo k iniciaci prasklin na hranicích zrn. Nutností bylo vyřešit tento problém na úrovni zrn, a to pomocí modifikace hranic zrn hafniem nebo zirkoniem, což vedlo ke zvýšení plasticity slitin. Zmiňované řízení struktury pomocí směrové krystalizace bylo použito na niklových slitinách pro stacionární turbíny (materiály typu IN 939 a GTD 111), ale také pro lopatky plynových leteckých turbín. Vybrané slitiny pro lopatky a jejich chemické složení je uvedeno v tab.9.

Rozdíly mezi usměrněnou strukturou a klasickými polykrystalickými materiály jsou takové, že polykrystalické materiály mohou mít dokonce 5krát nižší hodnotu odolnosti vůči

teplotní únavě i namáhání. Dalším bonusem DS slitin je zvýšená životnost (některé zdroje uvádí až 10krát) za vysokých teplot. Tyto skutečnosti jsou způsobeny usměrněnou strukturou a tím, že došlo k eliminaci příčných hranic zrn [7, 21].

Tab. 9 Chemické složení vybraných DS slitin [21, 23]

<i>SLITINA</i>	<i>CHEMICKÉ SLOŽENÍ (MAX.) [hm. %]</i>											
	Ni	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Ta	B	Zr	Hf	Nb
MAR-M 200	60,4	9	10	-	12,5	5	2	-	0,02	0,06	-	1
MAR-M 200 Hf	45,5	9	10	12,5	12,5	5	2	1	0,02	0,5	1,8	-
MAR-M 247	59,8	8,3	10	0,7	10	5,5	1	3	0,02	0,05	1,5	-
GTD 111	60,1	14	9,4	1,5	3,7	3	5	3	0,1	0,01	0,1	-
IN 738 LC	61,6	16	8,5	1,7	2,6	3,4	3,4	1,7	0,01	0,05	-	0,9
IN 792 LC	60,1	12,5	9	1,9	4,1	3,4	3,8	4,1	0,02	0,02	1	-
IN 939	48,3	22,5	19	-	2	1,9	3,7	1,4	0,01	0,1	-	1
IN 6203 DS	48,3	22	19	-	2	2,3	3,5	1,1	0,01	0,1	0,8	0,8
CM 247 LCDS	59,8	8,4	10	0,6	10	5,5	1	3	0,02	0,05	1,5	-

5.3. Metody výroby slitin s usměrněnou strukturou

Slitiny s usměrněnou strukturou se připravují směrovou krystalizací. Směrovou krystalizací se modifikuje struktura, dosahuje se značného zvýšení kvality i čistoty připravovaných dílů, a rovněž úpravy mechanických vlastností. Pomocí různých druhů směrové krystalizace je možné bez problému připravit DS i SC slitiny [24].

5.3.1. Směrová krystalizace

Směrová krystalizace patří mezi rafinační metody přípravy materiálu, během této metody dochází k rozdělování příměsí mezi dvě fáze – mezi tekutou a tuhou fází na rozhraní krystalu a taveniny. Princip metody se zakládá na pomalém posunu fázového rozhraní mezi krystalem a taveninou a výchozím roztaveným ingotem o délce l_0 .

V místě, kde probíhá tuhnutí, dochází k rozdělování výchozí koncentrace příměsí C_0 na základě koeficientu rozdělení náležícího k danému typu příměsí. Ve ztuhlé části ingotu je možné získat koncentrační profil příměsí $C_1(x)$. Princip směrové krystalizace ukazuje obr. 6.

Koncentrační profil příměsi ve ztuhlé části $C_1(x)$ závisí na výchozí koncentraci příměsi, rozdělovacím koeficientu příměsi a ztuhlé části krystalu g . Tuto závislost popisuje rovnice 1, která se používá pro určení rozdělovacího koeficientu (k) příměsi B v látce A [24].

Rovnice 1 vychází z předpokladů, že platí [24]:

- základní látka a příměs mezi sebou tvoří tuhý roztok,
- difuze příměsi v tuhé fázi je rovna nule, difuze příměsi v tavenině je úplná a ideální,
- při tuhnutí se hustota materiálu nemění, podíl hustoty solidu a likvidu je roven jedné.

$$C_1(x) = C_0 \cdot k \cdot (1-g)^{k-1} \quad (1)$$

$C_1(x)$ – finální koncentrace příměsi v krystalu,

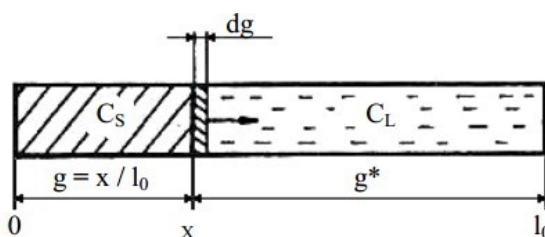
C_0 – výchozí koncentrace příměsi v celém objemu taveniny,

k – rozdělovací koeficient prvku B v základní látce A,

g – ztuhlá část krystalu,

x – vzdálenost od počátku ingotu.

Důležitou roli hraje rozdělovací koeficient k . Míra rozdělení příměsi B v látce A je závislá na hodnotě rozdělovacího koeficientu k . Čím více bude hodnota koeficientu rozdělení vzdálenější od hodnoty jedna, tím více bude docházet při tuhnutí taveniny k ochuzení o příměs, což způsobí obohacování tuhnoucí části ingotu. Výsledná koncentrace příměsi bude znatelně vyšší v počáteční části ztuhlého ingotu než na jeho koncové části. V opačném případě, kdy koeficient k bude menší než jedna, bude docházet během tuhnutí k obohacování taveniny o příměs. Ztuhlá část ingotu bude pro změnu o příměs ochuzena. Popisovaný jev je pozitivní z hlediska rafinace materiálu od škodlivých příměsí. Další výhodou je, že proces směrové krystalizace je jednorázový, opakování procesu za účelem rafinace je možné, ale to pouze v případě odstranění koncové části ingotu bohaté na příměs. Pokud by koncová část ingotu nebyla odstraněna, při roztavení materiálu by docházelo k opakovanému vyrovnání koncentrace příměsi na původní hladinu C_0 , rafinace by tedy nedosáhla lepších výsledků a neměla smysl [24].

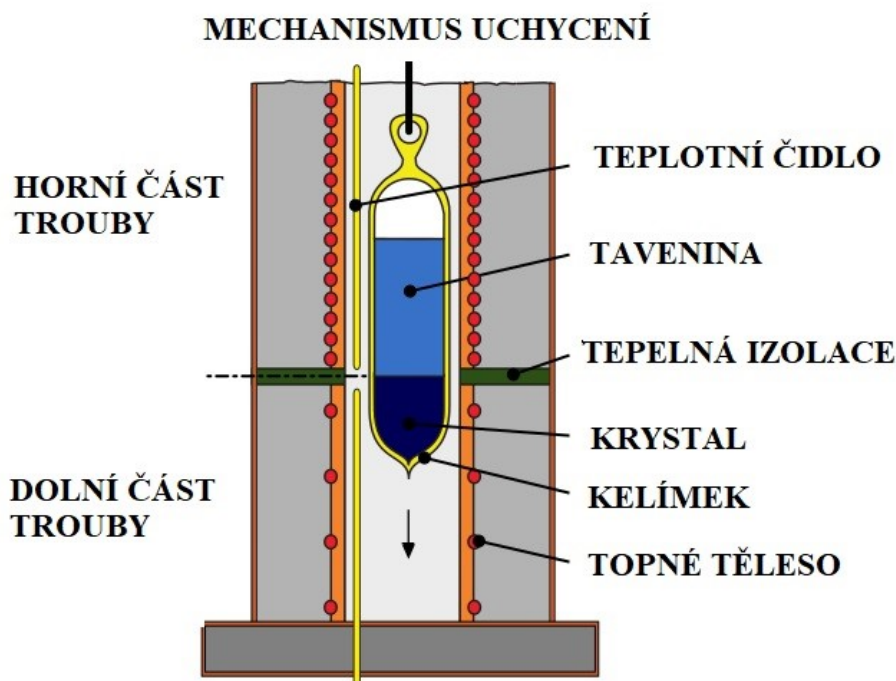


Obr. 6 Princip směrové krystalizace [24]

5.3.2. Bridgmanova metoda

Bridgmanova metoda, také nazývána Bridgman-Stockbargerova metoda, je nejjednodušší metoda směrové krystalizace. Řadí se mezi nejvíce používané metody směrové krystalizace, princip metody popisuje obr. 7. Metodu lze aplikovat v horizontálním a vertikálním uspořádání. Během vertikálního uspořádání je kelímek s taveninou umístěn v peci. Kelímek by měl mít vhodný vrcholový úhel, který snižuje počet krystalizačních zárodků. Během procesu dochází k pomalému pohybu kelímku strmým teplotním gradientem, probíhá směrová krystalizace taveniny a postupně roste krystal. Růst krystalu je závislý na tepelném toku během tuhnutí. Proces je možné řídit tak, že dochází k jednosměrnému odvodu tepla a zrna rostou ve směru osy odvodu [10, 24, 25]. Existují tři technologické typy Bridgmanovy metody, a to [10, 24, 25]:

- Kelímek a pec se nepohybují – směrová krystalizace je řízena pomocí regulace teploty pece;
- Pec se pohybuje přes pevně uložený nepohyblivý kelímek – využívá se u vakua;
- Pec je nepohyblivá a pohybuje se kelímek z oblasti vysokých teplot, kde se taví kov, do oblastí nízkých teplot, kde probíhá krystalizace.



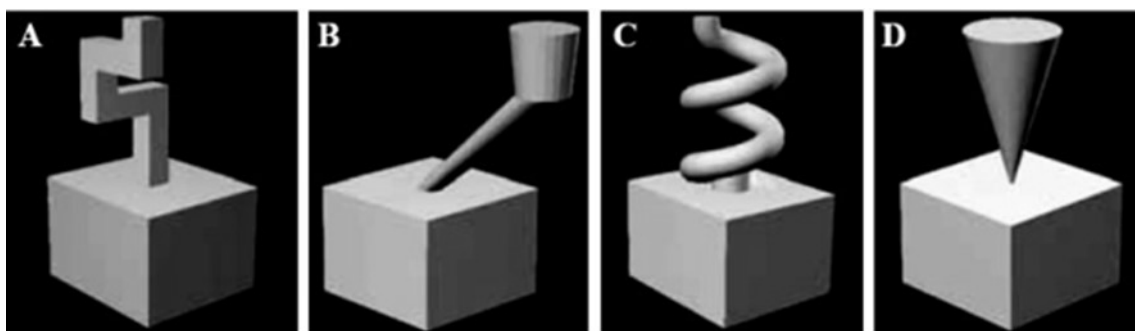
Obr. 7 Princip Bridgmanovy metody, upraveno [25]

5.3.3. Směrová krystalizace pro výrobu lopatek turbín

Dlouhodobě používanou a důležitou oblastí použití směrové krystalizace je výroba rozměrově větších lopatek turbín. První lopatky turbín připravené směrovou krystalizací měly rovnoběžná zrna s příčnou osou materiálu – lopatky, a tudíž vykazovali DS (kolumnární) strukturu. Celkový vývoj a zdokonalení samotného procesu směrové krystalizace vedl k vytvoření prvních „nových“ monokrystalických materiálů.

K získání monokrystalů se používají různé druhy metod selekce zárodků, což primárně vede k získání jen jediného krystalizačního zárodku.

Další variantou je zavedení samotného zárodku, kdy je zárodek nataven taveninou, která tuhne ve stejném orientačním směru jako použitý zárodek. Vývoj selekce zárodků směřoval různými směry, nakonec byly stanoveny čtyři hlavní druhy selekce (obr. 8), které se také nejvíce využívají, a to [10, 26]: pravoúhlá, úhlová (určitý směr náklonu), spirálová a speciální (pomocí vhodného vrcholového úhlu).



Obr. 8 Nejčastější možnosti selekce zárodků: A/ pravoúhlá, B/ úhlová, C/ spirálová, D/ speciální – pomocí vhodného vrcholového úhlu [26]

5.3.4. Zonální tavení

Zonální tavení se řadí mezi speciální metody směrové krystalizace. Používá se k usměrnění struktury v celém objemu materiálu nebo k rafinaci (i opakované) látek s velkou čistotou. Během rafinace dochází k procesu rozdělení příměsí a nečistot v úzké natavené zóně materiálu pomocí krystalizace. Při zonálním tavení je možné využít dvou režimů uspořádání během procesu – horizontálního a vertikálního uspořádání. Při zonálním tavení je natavená jen určitá část ingotu, značí se jako úzká zóna o šířce b . Zmiňovaná natavená zóna s danou koncentrací příměsí v tavenině C_L obsahuje při postupu ingotem dvě rozhraní [24, 25, 26]. Princip zonálního tavení popisuje obr. 9.

První rozhraní obsahuje původní pevnou fázi, jež se do zóny postupně natavuje a označuje se jako „fronta natavení“ ($x+b$).

Druhé rozhraní neboli „roztavená zóna“ se skládá z roztaveného homogenizovaného materiálu v místě x o koncentraci C_L , který znova tuhne, ale už s novou koncentrací $C(x)$ – jedná se o krystalizaci. První průchod zón ingotem popisuje Rovnice 2 [24]:

$$C_x = C_0 [1 - (1-k) \exp (-kx / b)] \quad (2)$$

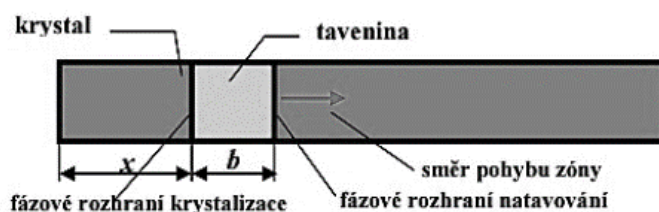
C_0 – výchozí koncentrace příměsi v celém objemu ingotu,

b – šířka natavené zóny,

k – rozdělovací koeficient prvku B v základní látce A ,

C_x – nová koncentrace příměsi ve ztuhlé části ingotu v místě x po l . průchodu,

k – rozdělovací koeficient.



Obr. 9 Schématické znázornění zonálního tavení [24]

Pro zonální tavení se používá zařízení nazývané zonální pec. Zonální pec může mít jako zdroj ohřevu například elektrický oblouk, plazmový ohřev, odporový ohřev, vysokofrekvenční indukované proudy nebo svazek elektronů z elektrického pole. Zonální pec pro směrovou krystalizaci kovů v horizontální poloze je složena ze tří částí a to [24, 25]:

- ze zdroje ohřevu vytvářejícího úzkou roztavenou zónu v sázce,
- z lodičky se vsázkou,
- z mechanismu pohybu lodičky.

Dalším krokem je vložení zárodku do spodní části lodičky, za předpokladu výroby monokrystalů. Mezitím je důležité sledovat a udržovat konstantní velikost natavené zóny během průchodu vzorkem. Pro udržení konstantní velikosti zóny pomáhá strmý teplotní gradient udržovaný na obou koncích zóny.

Pro kovy s vysokou teplotou tání se nejvíce využívá plazmového a elektronového ohřevu. Výhodou obou jmenovaných ohřevů je, že zabezpečují dostatečně vysokou teplotu a

je možné velmi dobře řídit oba jmenované procesy. Pro speciální slitiny je vhodné použít plazmový ohřev, kovy se střední teplotou tání se nahřívají pomocí indukčního ohřevu.

Při vertikálním zonálním tavení se používá technika bez-kelímkového tavení. Tento proces se řadí mezi nejpoužívanější metody směrové krystalizace pro přípravu reaktivních monokrystalů a vysoko tavitelných kovů, proces je dokonce velmi efektivní.

Vytvořit úzkou roztavenou zónu lze například pomocí laserového a elektronového ohřevu. Zóna se zachová ve vzhledu prostřednictvím povrchového napětí. Stabilita a tvar zóny jsou závislé na mnoha důležitých faktorech, mezi které řadíme především povrchové napětí, hustotu taveniny, gravitaci v daném místě, koncentraci příměsí i směr pohybu zóny. K udržení stability se používá vnější magnetické pole [25, 26]. Monokrystaly získané touto metodou nejsou příliš dokonalé. Během procesu růstu krystalu se v materiálu vyskytují určitá fázová rozhraní (krystal-tavenina), která jsou zakřivená, dále se vyskytují teplotní gradienty. V důsledku zakřivení vznikají v krystalu pnutí, která však nebrání například ve vzniku monokrystalů wolframu a molybdenu [24, 25, 26].

6. Slitiny typu Ni-Al-Zr

Roku 1989 japonští vědci potřebovali vyrobit specifický konstrukční materiál vhodný pro vysokoteplotní aplikace, tak poprvé do slitiny Ni_3Al přimíchali množství zirkonia (kolem 1 at. %). Z tehdejších výzkumů vyplynulo, že slitiny legované zirkoniem mají zvýšenou mezikrystalickou pevnost a omezenou segregaci nečistot na hranicích zrn. V našem případě se jedná o eliminaci síry, jež v následné reakci tvoří sulfidy, které zapříčiňují vysokoteplotní praskání. Zirkonium v intermetalických slitinách rovněž napomáhá ke zvýšení tažnosti při vysokých teplotách, a zároveň zvyšuje odolnost proti vysokoteplotnímu tečení [27, 28]. Další výsledky prováděných výzkumů ukázaly, že je nezbytně nutné do procesu výroby intermetalických slitin na bázi Ni-Al-Zr zařadit tepelné zpracování.

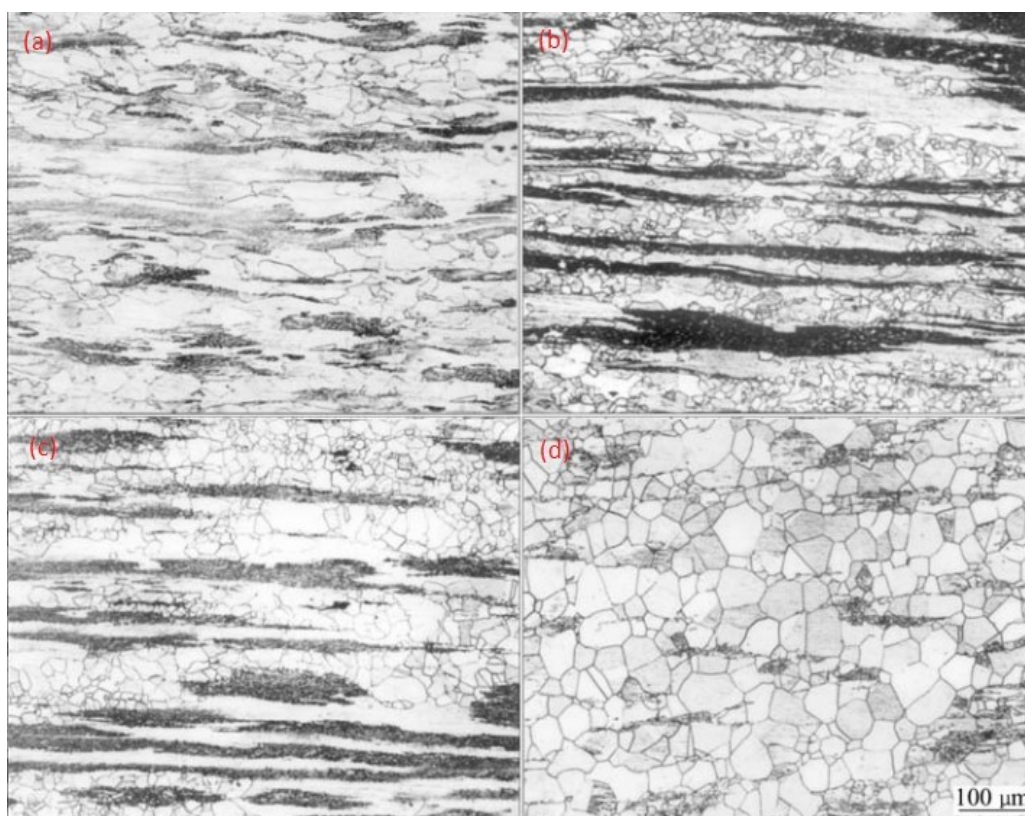
Tepelné zpracování slitin má zásadní přímé vlivy na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti výsledného produktu. Vývoj mikrostruktury slitin Ni-Al-Zr je prudce závislý na teplotě i na prostředí zpracování, tuto závislost nám ukazuje obr. 10, na kterém lze vidět zrna a deformační pásy (černé pruhy).

Deformační pásy jsou vhodným místem pro nukleaci. Počáteční rekrytalizace slitin začala probíhat právě v deformačních pásech. Postupným vzrůstem teploty nebo při teplotním

zpracování se deformační pásy postupně zmenšují, vnitřní struktura se stává homogennější, zřetelně celistvější a zároveň pevnější.

Teplotním zpracováním, v našem případě homogenizačním žíháním (probíhající při teplotě kolem 1100 °C), se zvyšuje vnitřní tažnost materiálu, životnost materiálu a snižuje se zkřehnutí fáze Ni_3Al . Homogenizační žíhání vede k úplné homogenizaci a uspořádání vnitřní γ fáze (viz obr. 10 d.). V homogenizované struktuře se objevují náznaky monokrystalů. Zvláštností je, že nejvyšší dosažená tažnost materiálu Ni-Al-Zr byla zaznamenána u neúplně rekrystalizovaného materiálu, který prošel teplotou žíhání do 950 °C. S rostoucí teplotou žíhání do 1100 °C tažnost začala pomalu klesat.

Velmi důležitá je atmosféra zpracování, ve které se provádí žíhání (teplotní zpracování). Atmosféra žíhacího procesu dokáže ovlivnit tvrdost slitiny i lomové chování, tento jev je spojen s povrchovou oxidací materiálu. Mezi vhodnou žíhací atmosférou řadíme kyslík, vakuum a směs vzácných plynů. Například pro zlepšení plasticity materiálu je vhodné homogenizovat slitinu po dobu 100 hodin v argonové atmosféře [27, 28].



Obr. 10 SEM snímky – změna mikrostruktury slitiny Ni-Al-Zr probíhající při homogenizačním žíhání, při teplotách a době expozice: 850 °C, 2 hodiny; (b) 900 °C, 2 hodiny; (c) 950 °C, 2 hodiny; (d) 1100 °C, 2 hodiny [28]

7. Cíle práce

Tato diplomová práce je zaměřena na hodnocení vlivu typu přípravy a chemického složení slitin typu Ni-Al-Zr, na mechanické i strukturní charakteristiky materiálu.

Praktická část této diplomové práce spočívá v přípravě Ni_3Al vzorků s rozdílným obsahem zirkonia (0,5 a 1 at. %) a hliníku (22 a 24 at. %). Zkoumané vzorky byly v usměrněném a litém stavu. Litého stavu bylo dosaženo pomocí gravitačního a odstředivého lití. Usměrněného stavu vzorků se docílilo směrovou krystalizací odlitků Bridgmanovou metodou.

Pro praktickou část této diplomové práce byly stanoveny dílčí cíle, mezi které patřilo:

- Přípravení vzorků pro izotermickou zkoušku jednoosým tlakem za zvýšených teplot (800 °C).
- Zdokumentování a vyhodnocení struktury před tlakovými zkouškami a po tlakových zkouškách.
- Stanovení mechanických charakteristik jako jsou: mez kluzu (R_p), maximální hodnota skutečného napětí (σ_{\max}) a z toho vyplývající deformace (ϵ_{\max}), pro jednotlivé zkoumané vzorky slitin Ni-Al-Zr.
- Srovnání zjištěných mechanických charakteristik jednotlivých vzorků v usměrněném i litém stavu o různém složení slitiny.
- Hodnocení mikrotvrlosti a pórovitosti vzorků ve výchozím stavu, tzn. před deformací.

8. Praktická část

Praktická část této diplomové práce zkoumá celkem osm vzorků slitiny na bázi Ni-Al-Zr, o chemickém složení podobném komerčním slitinám typu IC-50, IC-218, IC-221 a IC-396. Nejvíce blízká svým složením je slitina IC-50, neboť poslední tři jmenované IC slitiny mají ve svém chemickém složení navíc ještě chróm.

Čtyři vzorky byly vyrobeny za použití licích metod, tudíž jejich struktura je v litém stavu (LS). U čtyř dalších zkoumaných vzorků byla následně použita metoda směrové krystalizace (SK) při rychlosti 50 mm/h, slitiny jsou tedy v usměrněném stavu. Všechny zkoumané vzorky se dále nachází ve dvou stavech – v deformovaném a nedeformovaném.

U zkoumaných slitin byly stanoveny strukturní a mechanické charakteristiky, mikrotvrdost a pórovitost. Označení, chemické složení a podmínky přípravy daných slitin popisuje tab. 10.

Tab. 10 Označení, chemické složení a stav připravených zkoumaných vzorků Ni-Al-Zr slitin

OZNAČENÍ SLITINY	SLOŽENÍ [at. %]	STAV
1009	Ni-24Al-0,5Zr	LS
1010	Ni-24Al-0,5Zr	SK
1011	Ni-24Al-1Zr	LS
1012	Ni-24Al-1Zr	SK
1013	Ni-22Al-0,5Zr	LS
1014	Ni-22Al-0,5Zr	SK
1015	Ni-22Al-1Zr	LS
1016	Ni-22Al-1Zr	SK

8.1. Příprava vzorků

Vzorky ke zkoumání byly vyrobeny litím a směrovou krystalizací. Výsledné slitiny byly připraveny z čistých kovů indukční tavením. Tyče o průměru 10 mm byly gravitačně odlity do grafitové kokily. U vzorků 1013 a 1015 byla zvolena odlišná technologie lití, proběhlo „odstředivé lití“ do grafitové kokily v zařízení Supercast 13. Samotné tavení a

odlévání slitin probíhalo v ochranné atmosféře nasycené argonem. Výsledný tvar odlitků po odstředivém lití je na obr. 11.



Obr. 11 Odlitky slitiny Ni-Al-Zr po odstředivém lití

Polovina takto připravených vzorků ve formě tyčí byla následně zpracována v krystalizační dvouzónové peci Clasic nebo Linn FRV-5-40/550/1900 za použití Bridgmanovy metody ve vertikálním uspořádání. Rychlost krystalizace byla $50 \text{ mm} \cdot \text{h}^{-1}$. Odlitky vybrané pro směrovou krystalizaci byly vloženy do korundových trubic se speciálním vrcholovým úhlem. Takto byly připraveny slitiny s usměrněnou strukturou. Tyče po směrové krystalizaci měly průměr 11 mm.

Následovala příprava vzorků pro metalografický rozbor. Vzorky připravených slitin byly nařezány v podélném i příčném směru. Poté přišlo na řadu teplotní zalisování vzorků, pomocí přístroje ECOPRESS 100 od firmy METKON, do elektricky vodivého bakelitu.

Dalším krokem byla příprava povrchu zalisovaných vzorků broušením, které se uskutečnilo pod vodou na brusných papírech o zrnitostech 60, 180, 220, 400, 600, 800, 1200, 1500. Pro dosažení zrcadlového lesku bylo do přípravy vzorků rovněž zařazeno leštění povrchu pomocí leštícího plátna, emulze vody a hlínky (Al_2O_3) o zrnitosti $1 \mu\text{m}$ a poté $0,3 \mu\text{m}$.

Pro hodnocení struktury byly vyleštěné vzorky leptány pomocí dvou chemických činidel – selektivního leptadla o složení H_2SO_4 , HNO_3 a H_3PO_4 v poměru 1:1:1, po dobu

30 vteřin. Na takto připravených vzorcích probíhalo pozorování mikrostruktury připravených slitin. Pro přípravu vzorků na makroskopické pozorování bylo zvoleno leptadlo se složením 10 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 50 ml HCl , 50 ml methanolu a 50 ml destilované vody. Leptání pro makroskopické pozorování vzorků probíhalo po dobu 3 minut, po této době byly vzorky připraveny ke zkoumání.

8.2. Makrostruktura vzorků

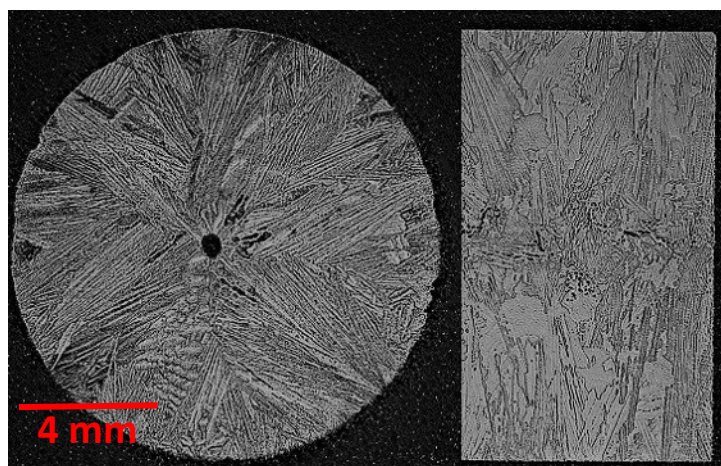
Snímky makrostruktury zkoumaných Ni-Al-Zr vzorků byly pořízeny pomocí metalografického mikroskopu OLYMPUS GX51 s přidaným digitálním fotoaparátem OLYMPUS DP12 při optickém zvětšení 20krát a následně upraveny pomocí programu Zoner Photo Studio X na úpravu fotek.

8.2.1. Lité vzorky

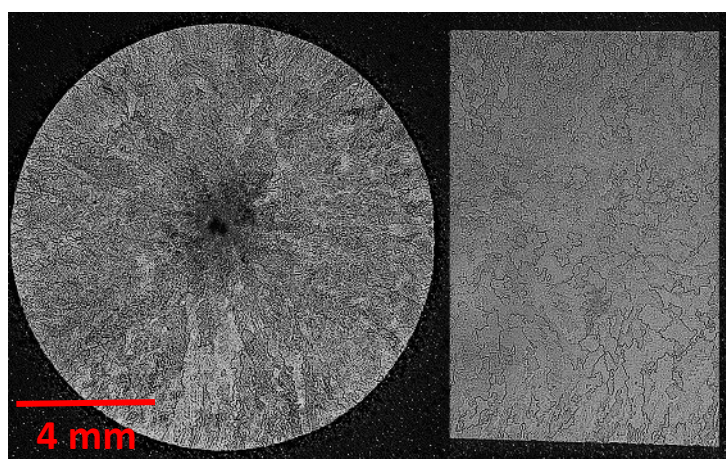
Obrázek č. 12 zobrazuje litou makrostrukturu vzorku 1009 v příčném a podélném řezu. Vzorek byl vyroben metodou gravitačního lití, chemické složení vzorku: Ni-24Al-0,5Zr (at. %). Obrázek č. 13 ukazuje vzorek 1011, který byl vyroben obdobně jako vzorek 1009, avšak má ve svém složení o 0,5 at. % Zr více. U obou vzorků je patrná dendritická struktura. Ve struktuře se vyskytují licí vady, uprostřed jsou staženiny. Staženiny se objevují v důsledku objemového smršťování, které vzniká při přechodu tekutého stavu kovu do pevné krystalické fáze. Vzorek 1009 má v porovnání se vzorkem 1011 poněkud hrubší charakter zrn.

Obrázek č. 14 zobrazuje litou makrostrukturu vzorku 1013, v příčném i podélném řezu, o chemickém složení Ni-22Al-0,5Zr. Vzorek byl připraven pomocí odstředivého lití (byla použita odlišná metoda přípravy než u vzorků 1009 a 1011). Na obrázku č. 15 je rovněž zobrazena litá makrostruktura vzorku 1015 v příčném a podélném řezu o chemickém složení Ni-22Al-1Zr. Metoda přípravy vzorku 1015 je stejná jako u vzorku 1013. Oba vzorky mají také dendritickou strukturu s licími vadami. U vzorku 1013 se ve středu vzorku nachází velké staženiny.

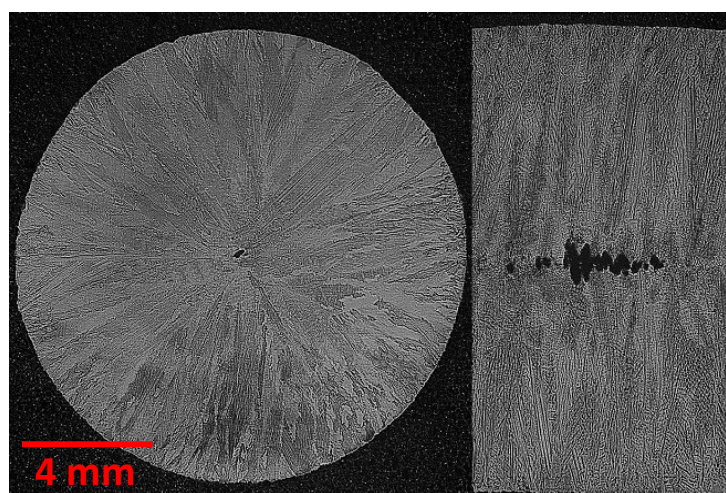
Z obrázků 12-15 lze usuzovat, že přítomnost zirkonia ve vyšším obsahu příznivě ovlivňuje velikost zrn a výskyt licích vad.



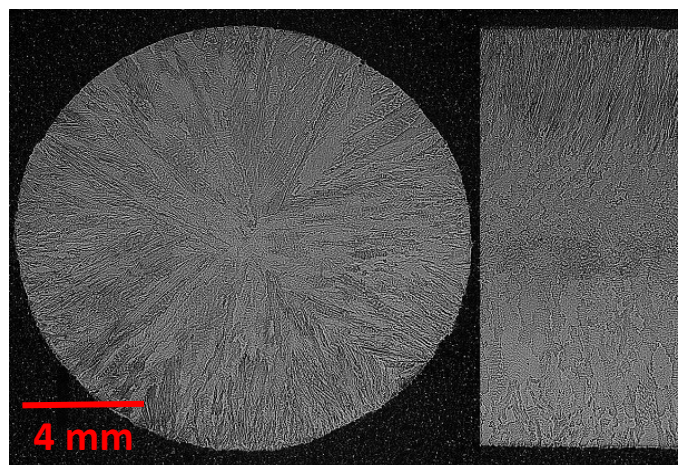
Obr. 12 Makroskopický snímek vzorku 1009 (Ni-24Al-0,5Zr) v příčném a podélném řezu



Obr. 13 Makroskopický snímek vzorku 1011 (Ni-24Al-1Zr) v příčném a podélném řezu



Obr. 14 Makroskopický snímek vzorku 1013 (Ni-22Al-0,5Zr) v příčném a podélném řezu



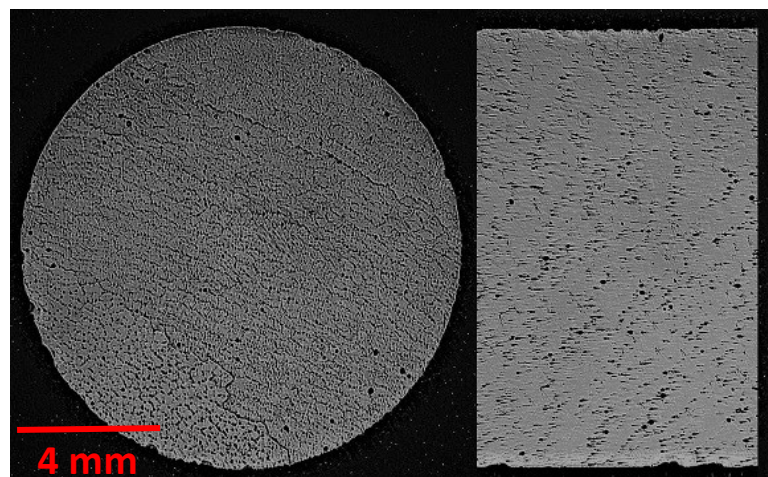
Obr. 15 Makroskopický snímek vzorku 1015 (Ni-22Al-1Zr) v příčném a podélném řezu

8.2.2. Směrově krystalizované vzorky

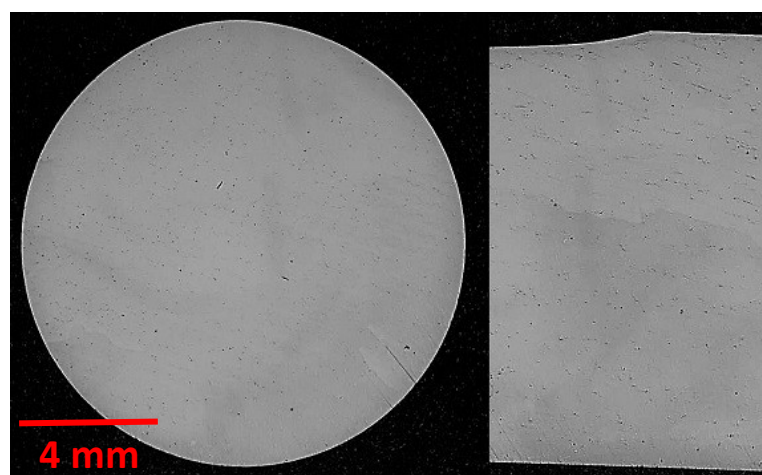
Makrostruktura vzorku 1010 v příčném i podélném řezu je zachycena na obr. 16. Vzorek 1010 o chemickém složení Ni-24Al-0,5Zr byl připraven pomocí směrové krystalizace o rychlosti 50 mm/h. Dále pak obrázek 17 zachycuje makrostrukturu vzorku 1012, v příčném a podélném řezu, o podobném chemickém složení a stejném druhu přípravy, avšak o 0,5 at. % vyšším obsahu Zr. Na snímcích je možné pozorovat směrově krystalizovanou strukturu. Z příčných a podélných řezů je patrné, že je zde omezený počet zrn. Zrna mají kolumnární charakter a jsou usměrněna ve směru odvodu tepla. Vzorek 1012 má jemnější charakter zrn než vzorek 1010.

Makrostruktura vzorku 1014 v příčném i podélném řezu je zachycena na obr. 18. Vzorek 1014 o chemickém složení Ni-22Al-0,5Zr byl připraven pomocí směrové krystalizace o rychlosti 50 mm/h. Obrázek 19 zachycuje makrostrukturu vzorku 1016, v příčném a podélném řezu, o podobném chemickém složení a stejném druhu přípravy, avšak o 0,5 at. % větším obsahem Zr. Na zmíněných snímcích lze rovněž pozorovat směrově krystalizovanou strukturu s omezeným počtem zrn, která mají kolumnární charakter a jsou usměrněna ve směru odvodu tepla. Zdá se, že vzorek 1014 má hrubší charakter zrn než vzorek 1016, a lze u vzorku 1014 lépe vidět směrově krystalizovanou strukturu, která se může jevit jako „textura“.

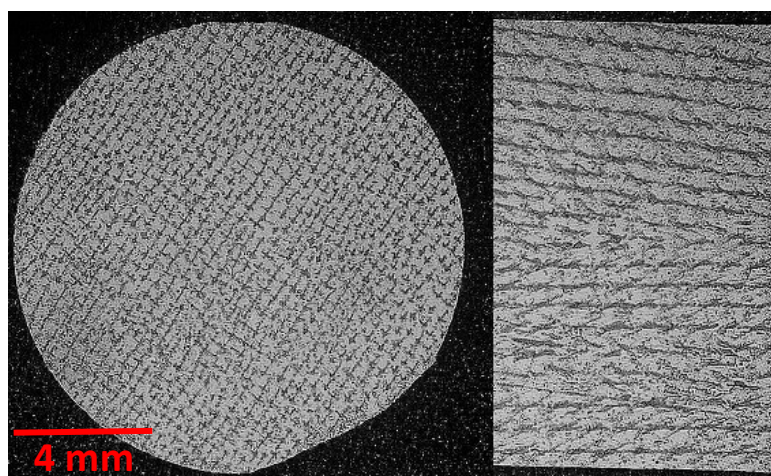
Z obrázků 16-19 lze usoudit, že z makroskopického hlediska je patrný velký pozitivní vliv rostoucího obsahu zirkonia na výslednou krystalizovanou strukturu, která se jeví kompaktnější.



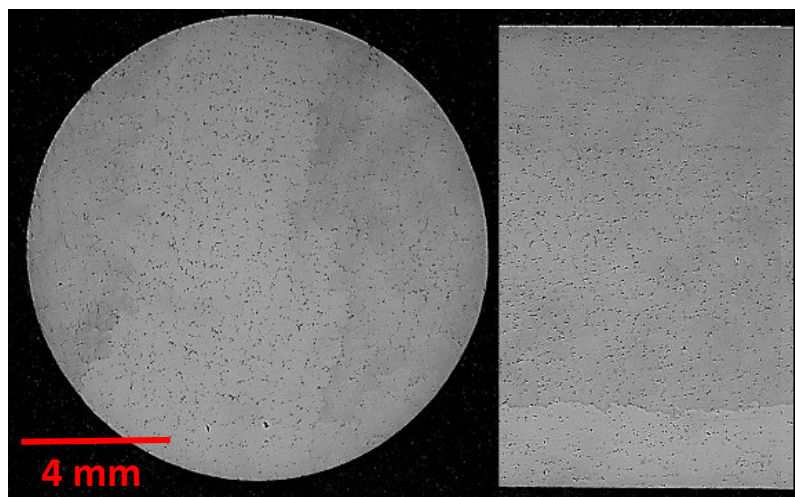
Obr. 16 Makroskopický snímek vzorku 1010 (Ni-24Al-0,5Zr) v příčném a podélném řezu



Obr. 17 Makroskopický snímek vzorku 1012 (Ni-24Al-1Zr) v příčném a podélném řezu



Obr. 18 Makroskopický snímek vzorku 1014 (Ni-22Al-0,5Zr) v příčném a podélném řezu



Obr. 19 Makroskopický snímek vzorku 1016 (Ni-22Al-1Zr) v příčném a podélném řezu

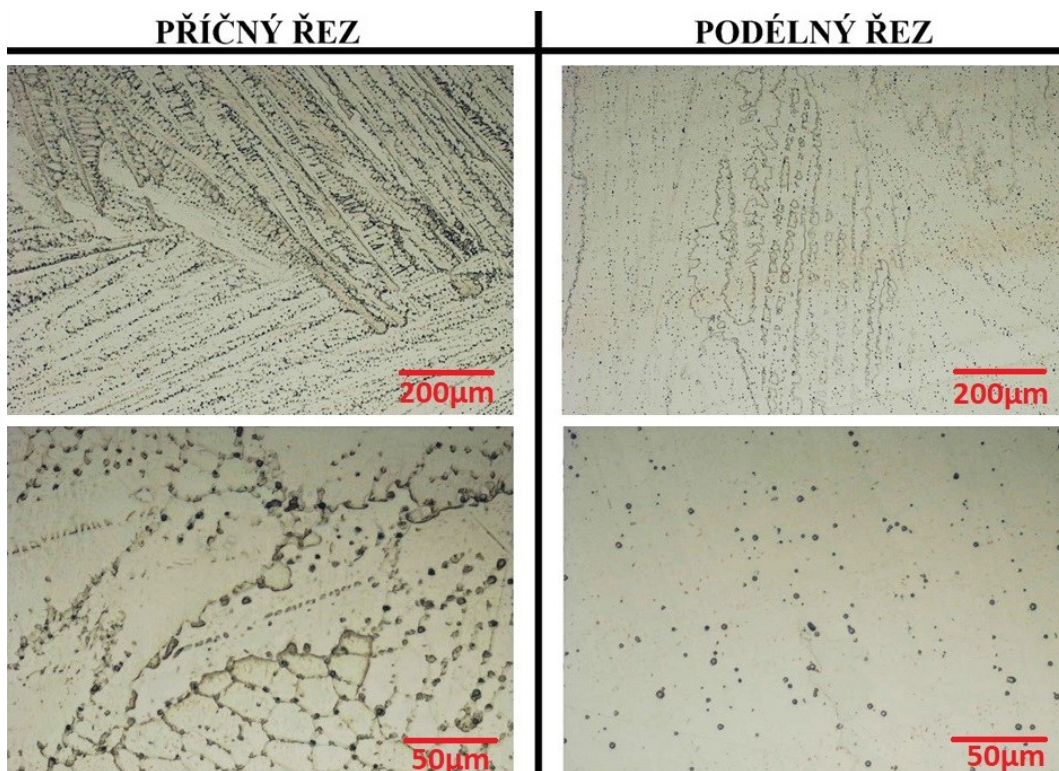
8.3. Mikrostruktura vzorků

Mikrostruktura vzorků byla naleptána selektivním leptadlem a detailně zaznamenána za pomoci metalografického mikroskopu OLYMPUS GX51 s přidaným digitálním fotoaparátem OLYMPUS DP12. Byly pořízeny snímky každého vzorku v příčném i podélném řezu při různých optických zvětšeních. Snímky slitin byly pořízeny při zvětšení 100x (měřítko 200 μm) a 500x (měřítko 50 μm). Struktura všech zkoumaných slitin je multifázová. Ve struktuře se mohou vyskytovat fáze Ni_3Al (γ'), tuhý roztok Ni (γ) a fáze bohaté na Zr. Detailně bude fázové složení vzorků rozebráno v následující kapitole 8.4.

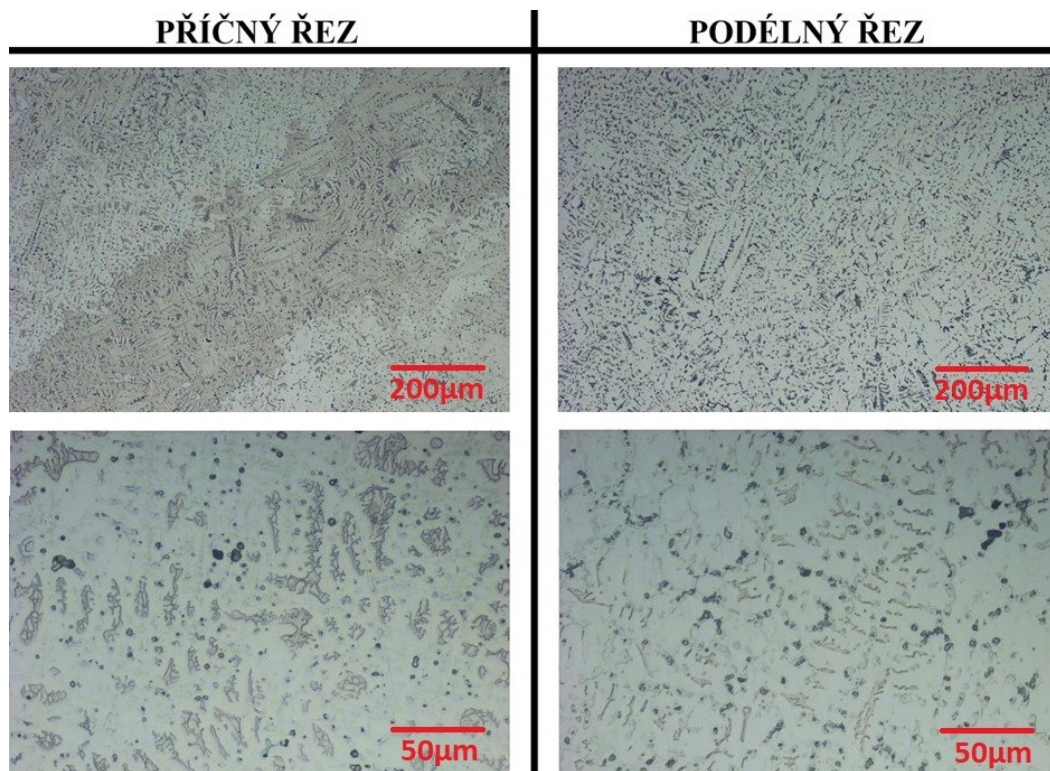
Obrázek 20 zachycuje mikrostrukturu vzorku 1009 v příčném a podélném řezu. Chemické složení vzorku 1009 je Ni-24Al-0,5Zr. Obrázek 21 zaznamenává mikrostrukturu vzorku 1011 s chemickým složením Ni-24Al-1Zr. Vzorky 1009 a 1011 byly vyrobeny pomocí gravitačního lití. Ze snímků je zjevná dendritická struktura, která je tvořena fázemi γ' a Zr bohatými částicemi. Při větších zvětšeních lze lépe pozorovat tmavé částice bohaté na zirkonium. V některých případech se může jednat o díry po těchto částicích, které byly pravděpodobně vytrženy při přípravě vzorků.

Na obrázku 22 je zachycena mikrostruktura vzorku 1013 o chemickém složení Ni-22Al-0,5Zr v příčném i podélném řezu. Na obrázku 23 je vyobrazena mikrostruktura vzorku 1015 (Ni-22Al-1Zr) v příčném i podélném řezu. Vzorky 1013 a 1015 byly vyrobeny pomocí odstředivého lití. Na snímcích struktur obou jmenovaných vzorků je patrná dendritická struktura, jež je tvořena fázemi γ' , γ a bohatými částicemi na Zr, které je možné

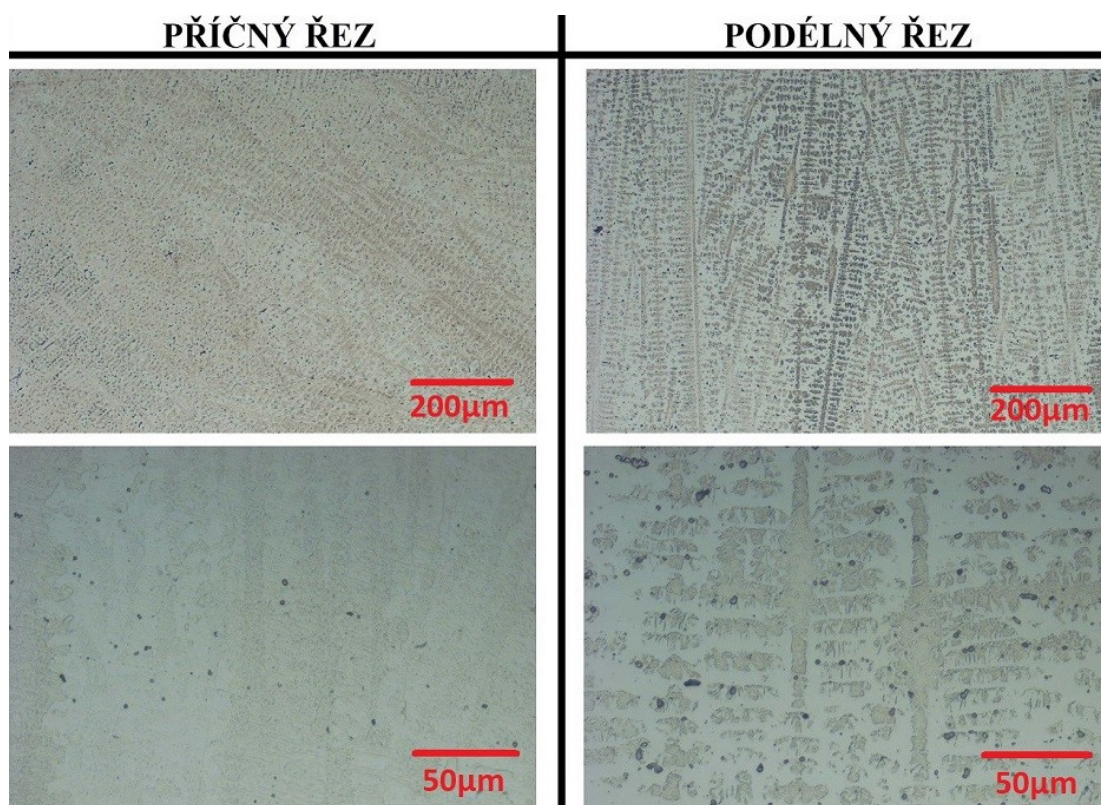
pozorovat při větším zvětšení snímků. Vzniklé otvory mohou mít pravděpodobně stejnou příčinu jako u vzorků 1009 a 1011.



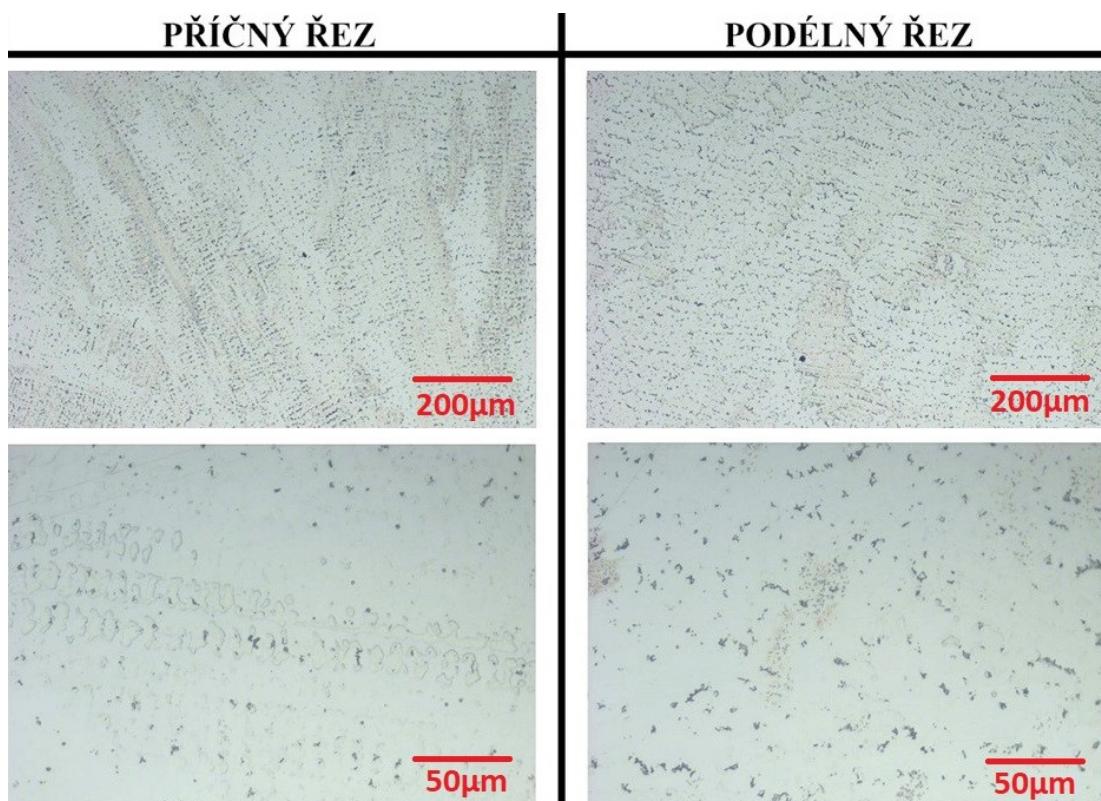
Obr. 20 Mikrostruktura vzorku 1009 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



Obr. 21 Mikrostruktura vzorku 1011 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



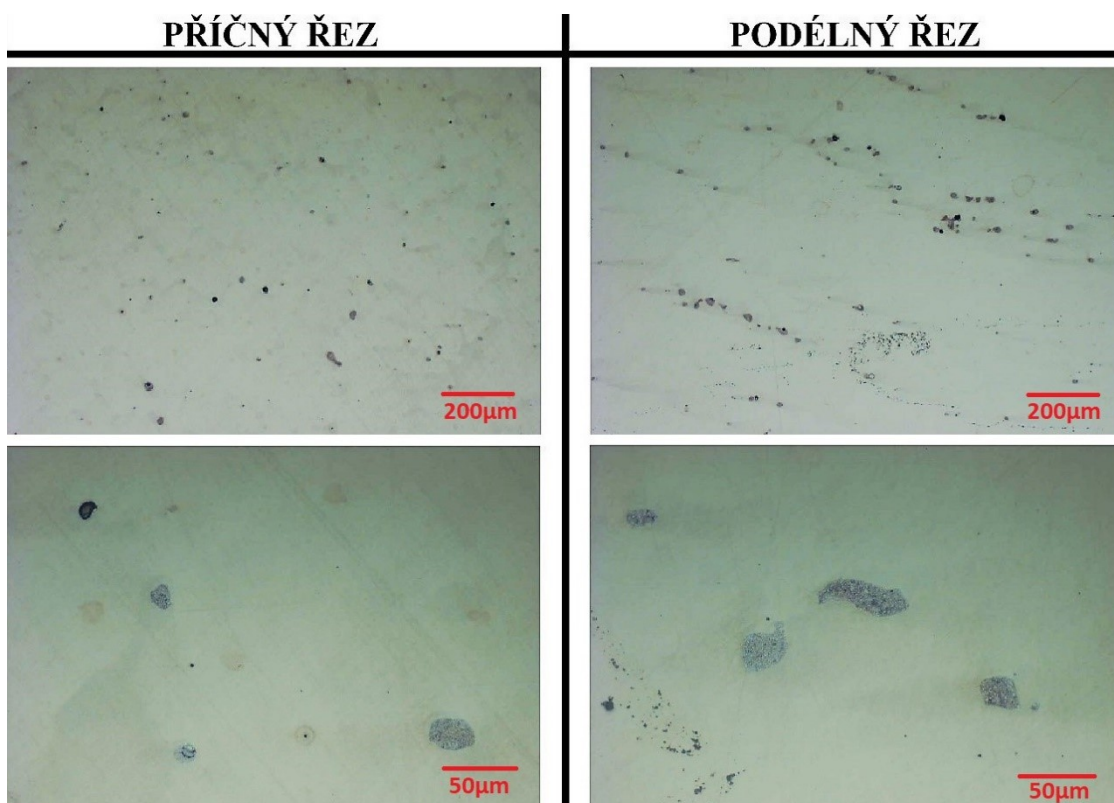
Obr. 22 Mikrostruktura vzorku 1013 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



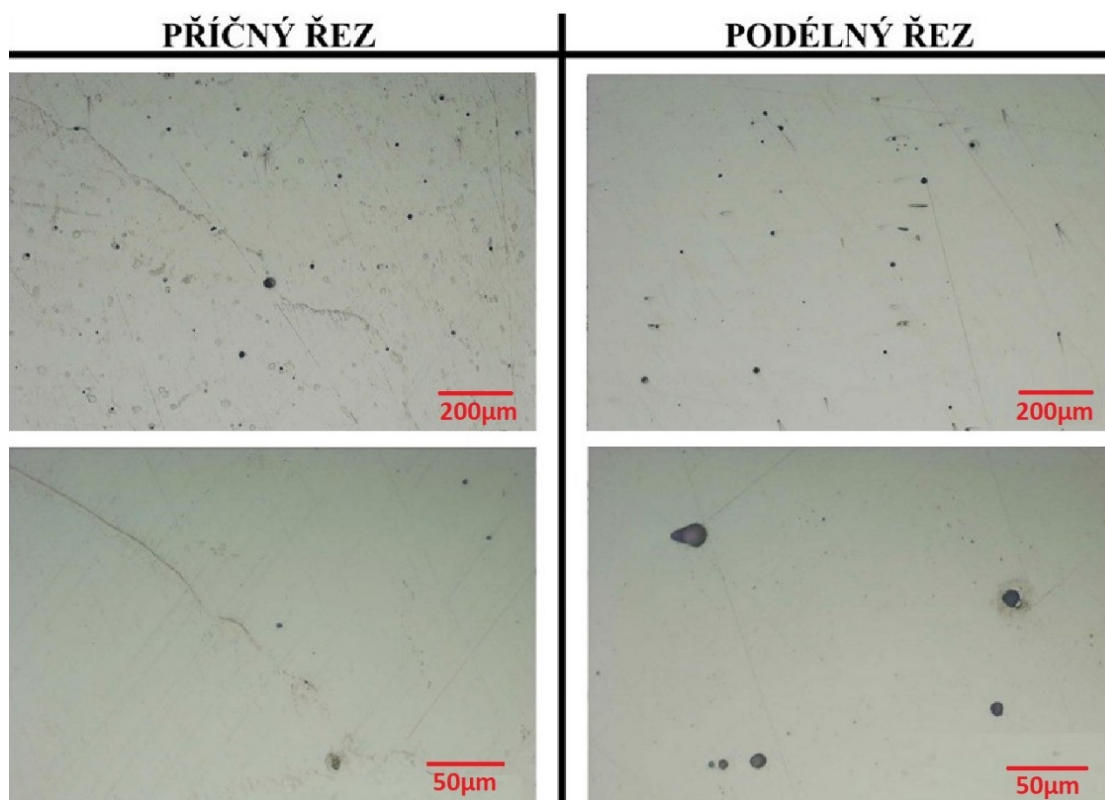
Obr. 23 Mikrostruktura vzorku 1015 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení

Obrázek 24 zachycuje mikrostrukturu vzorku 1010 (Ni-24Al-0,5Zr) a obrázek 25 mikrostrukturu vzorku 1012 (Ni-24Al-1Zr) v příčných a podélných řezech. Oba jmenované vzorky byly připraveny pomocí metody směrové krystalizace. Na snímcích lze pozorovat usměrněnou strukturu, která je tvořena fázemi γ' a Zr bohatými částicemi. Zirkonové částice se v usměrněné struktuře vyskytují v menších počtech, ale za to ve větších rozměrech.

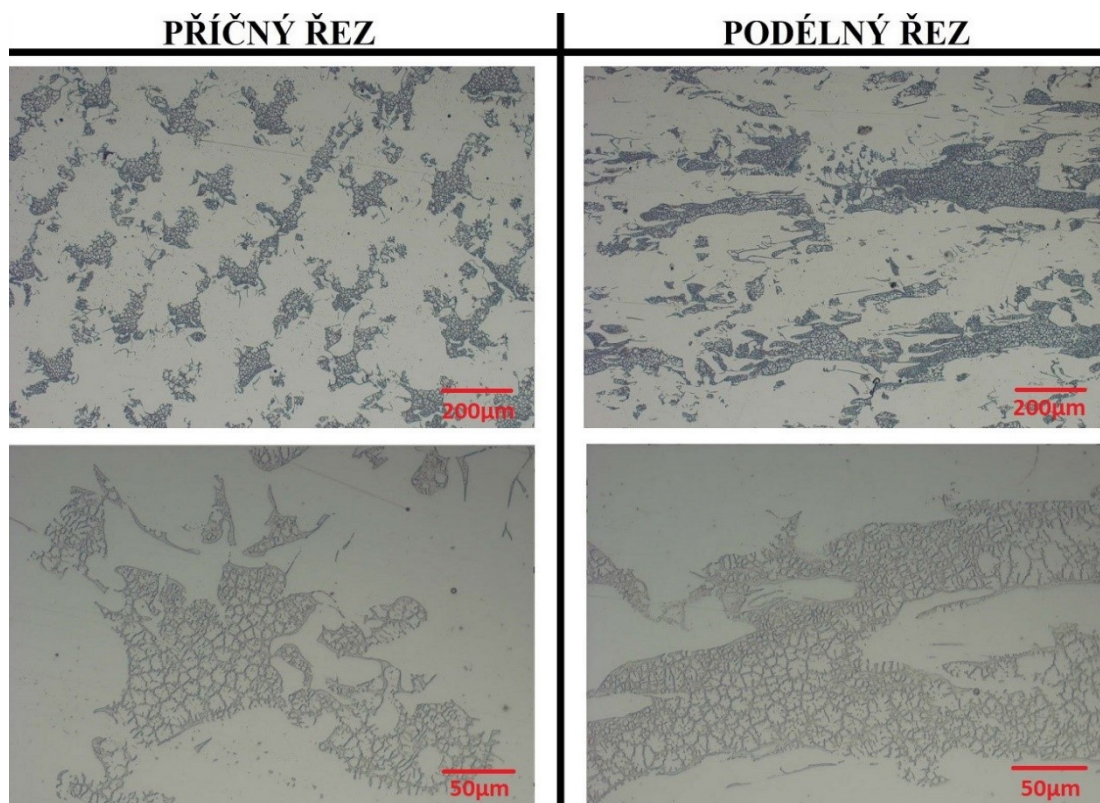
Obrázek 26 ukazuje strukturu vzorku 1014 o chemickém složení Ni-22Al-0,5Zr, a obrázek 27 mikrostrukturu vzorku 1016 o chemickém složení Ni-22Al-1Zr v příčných a podélných řezech. Vzorky 1014 a 1016 byly vyrobeny pomocí směrové krystalizace. Na snímcích vzorků lze vidět usměrněnou strukturu, která je tvořena fázemi γ' , γ a Zr bohatými částicemi. Na detailních snímcích struktury je možné vidět tmavší síťoví, které je tvořeno tuhým roztokem niklu.



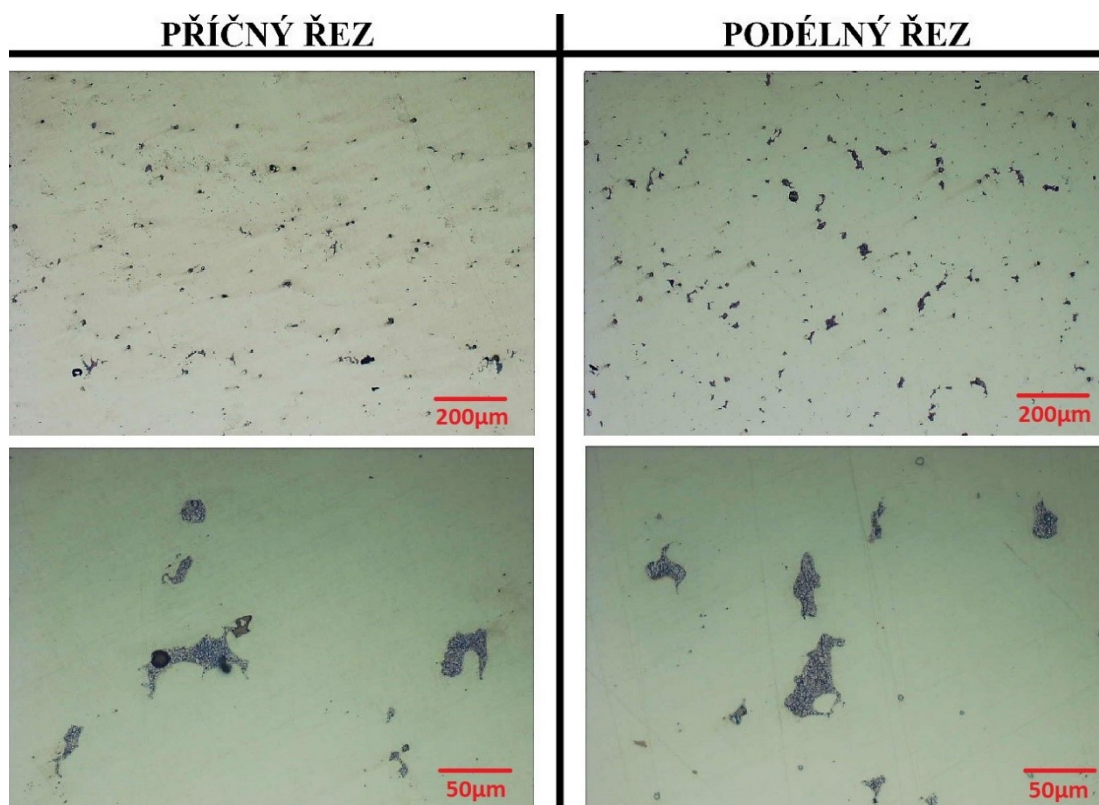
Obr. 24 Mikrostruktura vzorku 1010 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



Obr. 25 Mikrostruktura vzorku 1012 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



Obr. 26 Mikrostruktura vzorku 1014 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení



Obr. 27 Mikrostruktura vzorku 1016 v příčném a podélném řezu při různém zvětšení

8.4. Fázová analýza vzorků

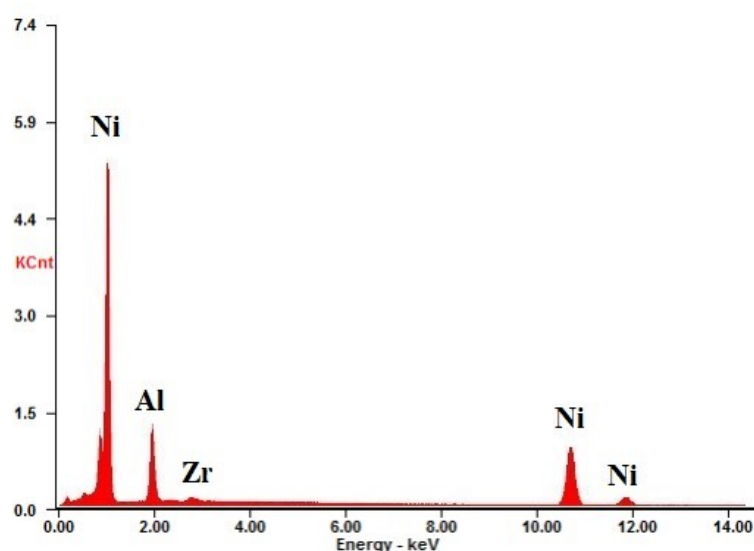
Na všech zkoumaných vzorcích: 1009, 1010, 1011, 1012, 1013, 1014, 1015 a 1016 byla provedena plošná a bodová analýza v příčném a podélném řezu pomocí Energiově disperzní spektrometrie (EDS metody). Analýza probíhala na řádkovacím elektronovém mikroskopu QUANTA FEG 450 s přidruženou sondou APOLLO X.

Nejdříve byla provedena plošná analýza všech zkoumaných vzorků za účelem zjištění průměrných obsahů niklu, hliníku a zirkonia ve slitinách. Zjištěné průměrné chemické složení vzorků je zobrazeno v Tabulce 11. Analýza probíhala při zvětšení 200x. Obrázek 28 ukazuje zjištěné spektrum vzorku 1012 z EDS analýzy, zachycující detekované prvky ve složení. Obrázky spekter ostatních vzorků jsou obdobné.

V návaznosti na plošnou analýzu byla provedena bodová analýza všech vzorků. Při bodové EDS analýze proběhlo stanovení chemického složení jednotlivých strukturních fází zkoumaných vzorků: 1009, 1010, 1011, 1012, 1013, 1014, 1015 a 1016.

Tab. 11 Průměrné chemické složení Ni-Al-Zr vzorků stanovené plošnou EDS analýzou

VZOREK	PRVEK	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [at. %]
1009	Al	$13,87 \pm 0,04$	$26,01 \pm 0,07$
	Zr	$0,87 \pm 0,04$	$0,48 \pm 0,02$
	Ni	$85,26 \pm 0,07$	$73,51 \pm 0,09$
1010	Al	$13,88 \pm 0,01$	$26,02 \pm 0,01$
	Zr	$0,80 \pm 0,05$	$0,44 \pm 0,02$
	Ni	$85,32 \pm 0,05$	$73,54 \pm 0,03$
1011	Al	$13,83 \pm 0,03$	$26,01 \pm 0,05$
	Zr	$1,47 \pm 0,02$	$0,82 \pm 0,01$
	Ni	$84,70 \pm 0,05$	$73,13 \pm 0,06$
1012	Al	$13,87 \pm 0,07$	$26,07 \pm 0,11$
	Zr	$1,48 \pm 0,07$	$0,82 \pm 0,03$
	Ni	$84,65 \pm 0,01$	$73,11 \pm 0,07$
1013	Al	$12,41 \pm 0,01$	$23,63 \pm 0,01$
	Zr	$0,79 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,01$
	Ni	$86,80 \pm 0,02$	$75,92 \pm 0,02$
1014	Al	$12,48 \pm 0,01$	$23,74 \pm 0,02$
	Zr	$0,86 \pm 0,01$	$0,49 \pm 0,01$
	Ni	$86,66 \pm 0,02$	$75,797 \pm 0,02$
1015	Al	$12,44 \pm 0,01$	$23,73 \pm 0,01$
	Zr	$1,58 \pm 0,08$	$0,89 \pm 0,04$
	Ni	$85,98 \pm 0,06$	$75,38 \pm 0,04$
1016	Al	$12,40 \pm 0,07$	$23,68 \pm 0,12$
	Zr	$1,84 \pm 0,05$	$1,04 \pm 0,04$
	Ni	$85,76 \pm 0,01$	$75,28 \pm 0,08$



Obr. 28 Ukázka spektra vzorku 1012 z plošné EDS analýzy

Snímky zdokumentovaných analyzovaných míst vzorků 1009, 1010, 1011, 1012, 1013, 1014, 1015 a 1016 je možné vidět na následujících obrázcích (obr. 29 a obr. 30), které jsou dále rozděleny pomocí písmen na jednotlivé zkoumané vzorky Ni-Al-Zr.

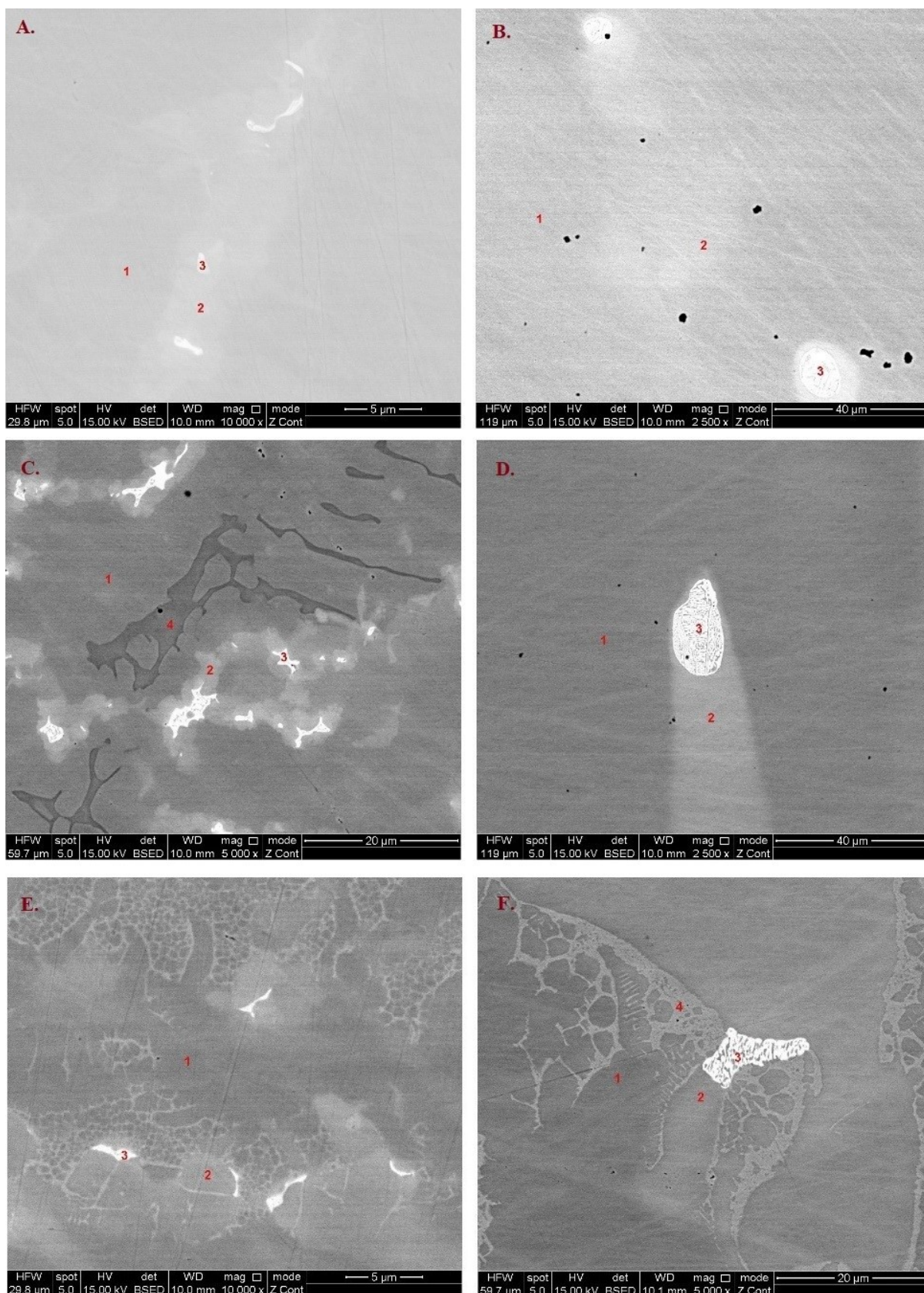
Pro bodovou analýzu se určilo typově několik vyskytujících se fází pro zjištění chemického složení, přičemž místa výskytu daných fází ve všech zkoumaných vzorcích jsou pro zjednodušení označena stejným číslem. Pro určení jednotlivých fází byl použit ternární diagram Al-Ni-Zr [29]. Analýza bodového chemického složení probíhala při zvětšení 50 000x. U velmi jemných fází se může stát, že výsledky měření mohou být ovlivněny (zkresleny) okolím, proto jsou některé zjištěné hodnoty s větším procentuálním rozptylem.

„**Matrice**“ je na snímcích označena jako **BOD 1** a její chemické složení je uvedeno v tabulce 12. S největší pravděpodobností se jedná o fázi γ' (Ni_3Al) ochuzenou o zirkonium.

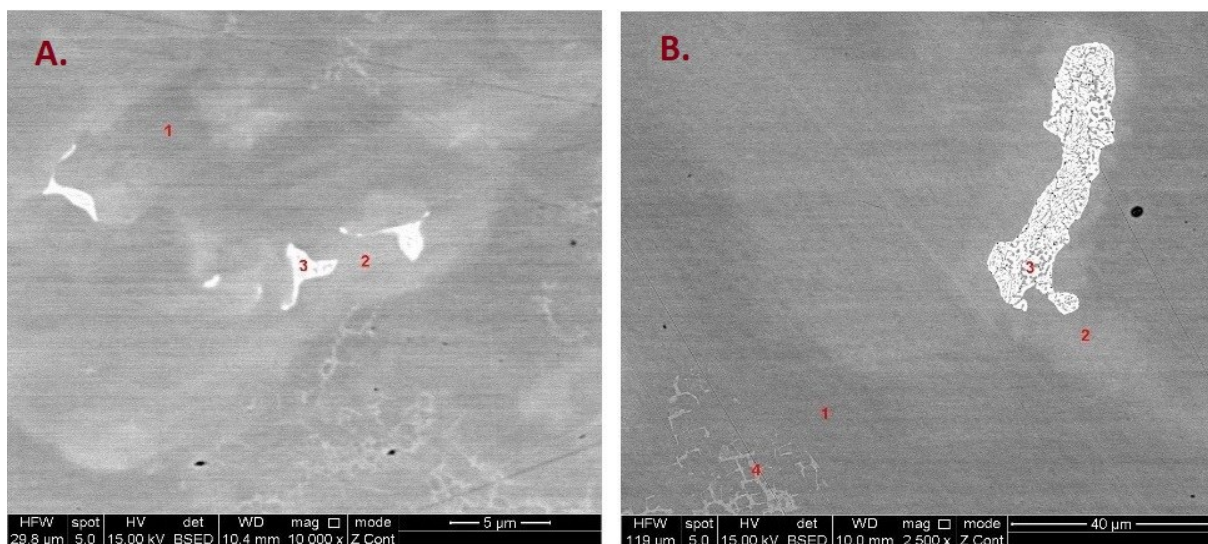
Chemické složení „**světlejšího pásu**“ je uvedeno v tabulce 13 s označením místa měření jako **BOD 2**. Podle zjištěných informací se pravděpodobně jedná o fázi γ' (Ni_3Al) obohacenou o zirkonium (s obsahem Zr okolo 2 at. %).

Chemické složení „**bílé fáze**“ popisuje tabulka 14 s označením místa měření jako **BOD 3**. Podle chemického složení se pravděpodobně jedná o fázi bohatou na zirkonium – Ni_5Zr .

Dále se pouze na snímcích vzorků 1011 (obr. 29 C), 1014 (obr. 29 F) a 1016 (obr. 30 B) vyskytuje „**tmavě šedá fáze**“, označeno jako **BOD 4**. Chemické složení zobrazuje tabulka 15. Na obr. 29 C se jedná o fázi Ni_5Al_3 , která se podle binárního diagramu [30] vyskytuje v systému Ni-Al pod 700 °C. Na ostatních snímcích tato fáze odpovídá tzv. síťoví, které je tvořeno tuhým roztokem hliníku v niklu (Ni).



Obr. 29 Mikrostruktura analyzovaných vzorků s označením konkrétních bodů pro stanovení chemického složení jednotlivých fází na vzorcích: A) 1009, B) 1010, C) 1011, D) 1012, E) 1013, F) 1014



Obr. 30 Mikrostruktura analyzovaných vzorků s označením konkrétních bodů pro stanovení chemického složení jednotlivých fází na vzorcích: A) 1015, B) 1016

Tab. 12 Chemické složení „matrice“ v jednotlivých vzorcích – BOD 1

VZOREK	PRVEK	CHEMICKÉ SLOŽENÍ	CHEMICKÉ SLOŽENÍ
		[hm. %]	[at. %]
1009	Al	$14,28 \pm 0,13$	$26,63 \pm 0,21$
	Zr	$0,44 \pm 0,03$	$0,24 \pm 0,01$
	Ni	$85,28 \pm 0,15$	$73,13 \pm 0,22$
1010	Al	$14,18 \pm 0,04$	$26,46 \pm 0,05$
	Zr	$0,28 \pm 0,07$	$0,16 \pm 0,04$
	Ni	$85,54 \pm 0,03$	$73,38 \pm 0,01$
1011	Al	$13,89 \pm 0,15$	$26,02 \pm 0,24$
	Zr	$0,49 \pm 0,02$	$0,27 \pm 0,01$
	Ni	$85,62 \pm 0,17$	$73,71 \pm 0,24$
1012	Al	$14,10 \pm 0,21$	$26,41 \pm 0,29$
	Zr	$1,13 \pm 0,55$	$0,63 \pm 0,31$
	Ni	$84,77 \pm 0,34$	$72,96 \pm 0,02$
1013	Al	$13,36 \pm 0,12$	$25,15 \pm 0,20$
	Zr	$0,31 \pm 0,02$	$0,17 \pm 0,01$
	Ni	$86,33 \pm 0,10$	$74,68 \pm 0,19$
1014	Al	$13,40 \pm 0,06$	$25,22 \pm 0,11$
	Zr	$0,37 \pm 0,06$	$0,21 \pm 0,02$
	Ni	$86,23 \pm 0,11$	$74,57 \pm 0,14$
1015	Al	$13,10 \pm 0,19$	$24,77 \pm 0,30$
	Zr	$1,00 \pm 0,26$	$0,56 \pm 0,14$
	Ni	$85,90 \pm 0,06$	$74,67 \pm 0,16$
1016	Al	$13,07 \pm 0,27$	$24,69 \pm 0,42$
	Zr	$0,61 \pm 0,20$	$0,34 \pm 0,11$
	Ni	$86,32 \pm 0,07$	$74,97 \pm 0,32$

Tab. 13 Chemické složení „světlejšího pásu“ v jednotlivých vzorcích – BOD 2

VZOREK	PRVEK	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [at. %]
1009	Al	$12,73 \pm 0,47$	$24,35 \pm 0,72$
	Zr	$3,53 \pm 0,85$	$2,00 \pm 0,50$
	Ni	$83,74 \pm 0,38$	$73,65 \pm 0,22$
1010	Al	$12,42 \pm 0,28$	$23,87 \pm 0,44$
	Zr	$4,02 \pm 0,58$	$2,29 \pm 0,33$
	Ni	$83,56 \pm 0,28$	$73,84 \pm 0,11$
1011	Al	$12,24 \pm 0,05$	$23,63 \pm 0,07$
	Zr	$4,59 \pm 0,07$	$2,62 \pm 0,04$
	Ni	$83,17 \pm 0,02$	$73,75 \pm 0,04$
1012	Al	$11,62 \pm 0,15$	$22,71 \pm 0,24$
	Zr	$6,41 \pm 0,32$	$3,71 \pm 0,20$
	Ni	$81,97 \pm 0,17$	$73,58 \pm 0,04$
1013	Al	$11,37 \pm 0,20$	$22,03 \pm 0,31$
	Zr	$3,08 \pm 0,47$	$1,77 \pm 0,27$
	Ni	$85,55 \pm 0,27$	$76,20 \pm 0,02$
1014	Al	$11,48 \pm 0,23$	$22,29 \pm 0,39$
	Zr	$4,00 \pm 0,11$	$2,30 \pm 0,07$
	Ni	$84,52 \pm 0,12$	$75,41 \pm 0,32$
1015	Al	$10,95 \pm 0,38$	$21,40 \pm 0,60$
	Zr	$4,49 \pm 0,76$	$2,60 \pm 0,45$
	Ni	$84,56 \pm 0,38$	$76,00 \pm 0,14$
1016	Al	$11,70 \pm 0,18$	$22,61 \pm 0,27$
	Zr	$3,34 \pm 0,25$	$1,91 \pm 0,15$
	Ni	$84,96 \pm 0,08$	$75,48 \pm 0,13$

Tab. 14 Chemické složení „bílé fáze“ v jednotlivých vzorcích – BOD 3

VZOREK	PRVEK	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [at. %]
1009	Al	5,19 ± 0,36	11,19 ± 0,70
	Zr	14,65 ± 0,96	9,36 ± 0,69
	Ni	80,16 ± 0,60	79,46 ± 0,01
1010	Al	1,04 ± 0,01	2,41 ± 0,01
	Zr	22,63 ± 0,05	15,63 ± 0,04
	Ni	76,33 ± 0,05	81,96 ± 0,05
1011	Al	1,47 ± 0,57	3,44 ± 1,30
	Zr	24,69 ± 0,71	17,10 ± 0,66
	Ni	73,84 ± 0,14	79,46 ± 0,64
1012	Al	2,47 ± 0,90	5,65 ± 2,01
	Zr	22,36 ± 0,07	15,15 ± 0,12
	Ni	75,17 ± 0,97	79,20 ± 1,89
1013	Al	3,96 ± 0,41	8,67 ± 0,85
	Zr	14,91 ± 0,22	9,66 ± 0,11
	Ni	81,13 ± 0,62	81,67 ± 0,95
1014	Al	1,40 ± 0,44	3,21 ± 0,98
	Zr	19,93 ± 0,43	13,57 ± 0,40
	Ni	78,67 ± 0,01	83,22 ± 0,59
1015	Al	3,32 ± 0,50	7,33 ± 1,02
	Zr	15,38 ± 1,30	10,07 ± 0,96
	Ni	81,30 ± 0,80	82,60 ± 0,06
1016	Al	0,66 ± 0,10	1,54 ± 0,22
	Zr	20,93 ± 0,48	14,43 ± 0,38
	Ni	78,41 ± 0,40	84,03 ± 0,16

Tab. 15 Chemické složení „tmavě šedé fáze“ v jednotlivých vzorcích – BOD 4

VZOREK	PRVEK	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [hm. %]	CHEMICKÉ SLOŽENÍ [at. %]
1011	Al	21,02 ± 0,07	36,68 ± 0,11
	Zr	N/A	N/A
	Ni	78,98 ± 0,07	63,32 ± 0,11
1014	Al	7,96 ± 0,02	15,85 ± 0,04
	Zr	N/A	N/A
	Ni	92,04 ± 0,02	84,15 ± 0,04
1016	Al	8,12 ± 0,04	16,12 ± 0,08
	Zr	N/A	N/A
	Ni	91,88 ± 0,04	83,38 ± 0,08

9. Hodnocení mikrotvrdosti a pórovitosti vzorků

Všechny zkoumané vzorky slitiny Ni-Al-Zr (1009, 1010, 1011, 1012, 1013, 1014, 1015, 1016) prošly komplexním hodnocením mikrotvrdosti a pórovitosti v příčném a podélném řezu.

9.1.1. Mikrotvrdost

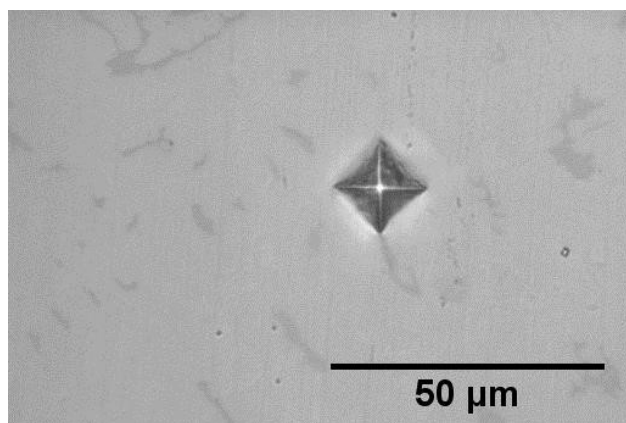
Hodnocení mikrotvrdosti probíhalo podle Vickerse HV 0.05 a uskutečnilo se na mikrotvrdoměru FM-100 s řídicí jednotkou FM-ARS 900. Měření mikrotvrdosti probíhalo na zkontrolovaných a dopředu zvolených plochách vzorků při zatížení 50 g (0,49 Newtonů) po dobu 7 sekund na vpich. Byla zvolena plošná metoda měření s pravidelnými kroky o rozsahu 20 vpichů do každého vzorku v příčném i podélném řezu. Ze získaných výsledků byly sestaveny průměrné hodnoty mikrotvrdosti HV 0.05 pro jednotlivé vzorky. Data z měření jsou shromážděna v tabulce 16.

Tab. 16 Průměrné hodnoty mikrotvrdosti HV 0.05 jednotlivých zkoumaných vzorků

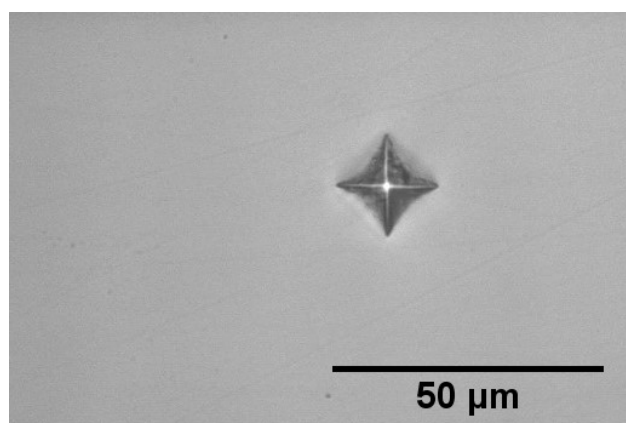
OZNAČENÍ	STAV	MIKROTVRDOT HV 0.05
1009	LS	260 ± 6
1010	SK	239 ± 13
1011	LS	271 ± 10
1012	SK	241 ± 13
1013	LS	261 ± 10
1014	SK	235 ± 7
1015	LS	265 ± 10
1016	SK	246 ± 12

Z měření mikrotvrdosti byly pořízeny snímky vpichů do materiálu. Jednotlivé vpichy u litého (VZOREK 1011) a směrově krystalovaného (VZOREK 1012) stavu vzorků pro představu ukazují obrázky 31 a 32.

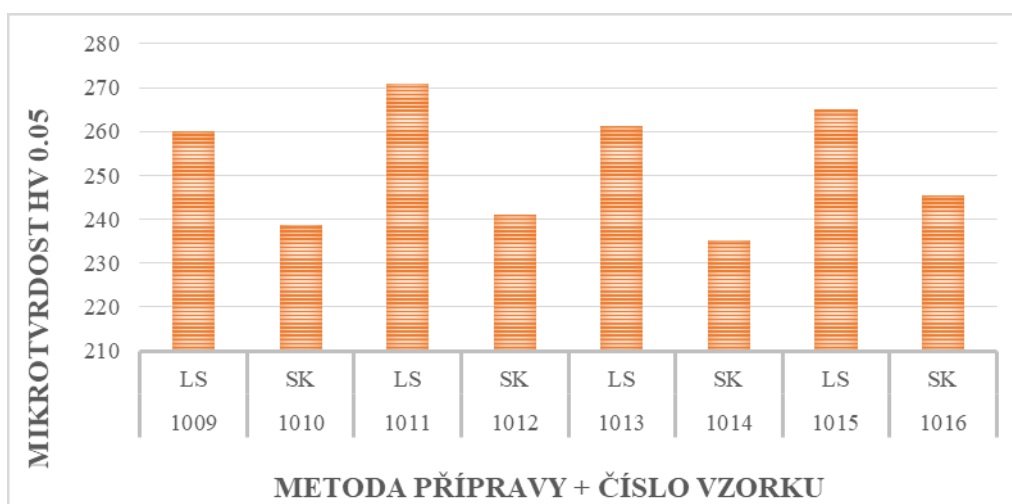
Vyhodnocení mikrotvrdosti HV (tvrdost Vickers) proběhlo automaticky s pomocí ručního nastavení délky úhlopříček vtisku. Z hodnot uvedených v tabulce 16 byl sestrojen graf závislosti mikrotvrdosti na metodě přípravy vzorků. Vytvořený graf zobrazuje obr. 33.



Obr. 31 Vpich při měření mikrotvrdosti HV 0.05 do litého vzorku 1011



Obr. 32 Vpich při měření mikrotvrdosti HV 0.05 do směrově krystalizovaného vzorku 1012



Obr. 33 Porovnání mikrotvrdosti HV 0.05 s metodami přípravy vzorků

Na závěr této podkapitoly lze konstatovat, že mikrotvrdot zkoumaných vzorků, kterou lze vyčíst z tabulky 16 a sestrojeného grafu na obr. 33, je závislá na metodě přípravy vzorků a na obsahu zirkonia ve slitině.

Jeví se, že vzorky, které byly směrově krystalizovány, vykazují nižší mikrotvrdot než vzorky, které mají litou strukturu, řádově až o 20 jednotek tvrdosti dle Vickerse. Obsah zirkonia ve zkoumaných slitinách má na mikrotvrdot také vliv, který není tak významný. Nejvyšší mikrotvrdoti dosáhl odlitý vzorek 1011 a nejnižší mikrotvrdoti dosáhl směrově krystalizovaný vzorek 1014. Mikrotvrdot je tedy vyšší u litých vzorků a také u vzorků s vyšším obsahem zirkonia.

9.1.2. Pórovitost

Pórovitost byla hodnocena pomocí obrazové analýzy na již zmiňovaném inverzním metalografickém mikroskopu OLYMPUS GX51 s přidaným digitálním fotoaparátem OLYMPUS DP12, výpočty pórovitosti probíhaly s pomocí programu AnalysisAuto.

Analyzováno bylo vždy deset ploch zkoumaného vzorku, a poté ze získaných výsledků byly vypočítány průměrné hodnoty. Získané hodnoty pórovitosti u jednotlivých vzorků jsou prezentovány v tabulce 17.

Naměřené hodnoty pórovitosti vykazují rozdíly v závislosti na druhu jejich přípravy. U vzorků připravovaných litím (1009, 1011, 1013, 1015) jsou hodnoty pórovitosti, v porovnání se vzorky připravovanými směrovou krystalizací (1010, 1012, 1014, 1016) vyšší.

Tab. 17 Průměrné hodnoty pórovitosti jednotlivých zkoumaných vzorků

OZNAČENÍ	STAV	PÓROVITOST [%]
1009	LS	0,0312 ± 0,0218
1010	SK	0,0227 ± 0,0088
1011	LS	0,0535 ± 0,0125
1012	SK	0,0263 ± 0,0092
1013	LS	0,0476 ± 0,0205
1014	SK	0,0289 ± 0,0136
1015	LS	0,0272 ± 0,0118
1016	SK	0,0158 ± 0,0044

9.2. Tlakové zkoušky vzorků

Další částí zkoumání Ni-Al-Zr slitin bylo jejich podrobení izotermickým zkouškám jednoosým tlakem. Zkoušení probíhalo pomocí plastometru Gleeble 3800 (obr. 34).

Plastometr Gleeble 3800 se primárně využívá ke studiu deformačního chování jednoosým tlakem za různých teplot, ale může se také využít jako simulátor obloukového svařování nebo jako simulátor tepelného zpracování. Jmenované zařízení může vytvořit sílu až 100 kN v tahu a 195 kN v tlaku. Zkoušky na zařízení mohou probíhat až do teploty 1700 °C, přičemž rychlost ochlazení/ohřevu může dosáhnout až 10³ °C/s.

Samotné zkoumané vzorky byly, jak v lité, tak i směrově krystalizované slitiny na bázi Ni-Al-Zr s různým chemickým složením (tab. 10).



Obr. 34 Plastometr Gleeble 3800 [31]

9.2.1. Podmínky tlakové zkoušky

Všechny vzorky pro tlakové zkoušky byly rozměrově upraveny a dobroušeny na požadované rozměry. Výsledné vzorky byly ve tvaru válečků o průměru (d) 8 mm a délce (l) 12 mm. Připravené vzorky je možno vidět na obr. 35.

Tlakové zkoušky byly prováděny při teplotě 800 °C ve vakuu. Rychlost ohřevu byla 3 °C/s a následná výdrž na teplotě 800 °C trvala 15 sekund, rychlost deformace byla $5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Získané hodnoty skutečného napětí z tlakových zkoušek byly použity pro stanovení hodnoty meze kluzu R_p . Poté následovalo stanovení hodnoty σ_{\max} (maximální dosažená hodnota skutečného napětí) a ϵ_{\max} (hodnota skutečné deformace, odpovídající σ_{\max}).



Obr. 35 Čtyři kusy vzorků ($d = 8 \text{ mm}$; $l = 12 \text{ mm}$) připravených pro tlakové zkoušky

9.2.2. Výsledky tlakových zkoušek

Hodnoty mechanických charakteristik u zkoumaných vzorků Ni-Al-Zr slitin, které byly zjištěny při tlakových zkouškách sjednocuje tabulka 18. Dále tato tabulka barevně rozlišuje označení jednotlivých vzorků v následujících grafech. Mez kluzu byla získána odečtením ze skutečných hodnot napětí a deformace.

Tab.18 Souhrn mechanických charakteristik v tlaku zkoumaných Ni-Al-Zr slitin

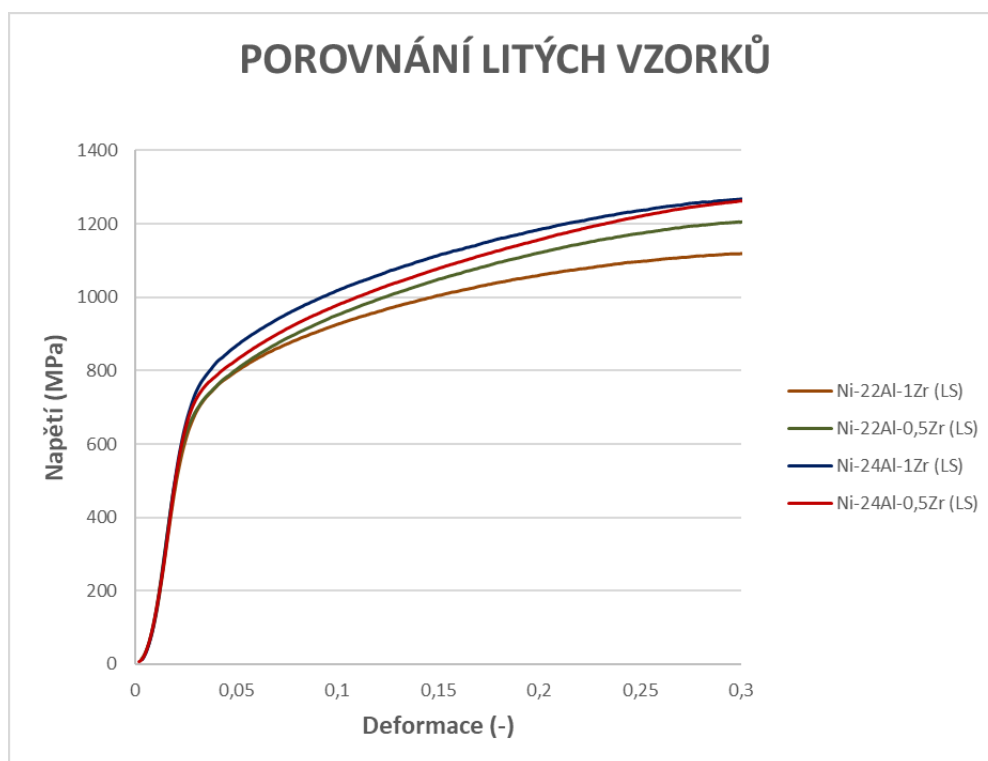
OZNAČENÍ	SLOŽENÍ [at. %]	OZNAČENÍ V GRAFU	STAV	R_p [MPa]	σ_{\max} [MPa]	ϵ_{\max} [-]
1009	Ni-24Al-0,5Zr		LS	637	1274	0,3365
1010	Ni-24Al-0,5Zr		SK	780	1021	0,1796
1011	Ni-24Al-1Zr		LS	667	1283	0,3545
1012	Ni-24Al-1Zr		SK	880	1261	0,2585
1013	Ni-22Al-0,5Zr		LS	625	1216	0,3426
1014	Ni-22Al-0,5Zr		SK	640	1091	0,2833
1015	Ni-22Al-1Zr		LS	635	1129	0,3242
1016	Ni-22Al-1Zr		SK	745	1156	0,3696

Obrázek 36 vyobrazuje napětí-ové křivky pro lité vzorky 1009, 1011, 1013, 1015. Z obrázku je zřetelné, že zobrazené křivky mají podobný tvarový charakter a z jejich průběhu lze usoudit, že i chvíli po překročení meze kluzu dochází k zpevňování slitiny.

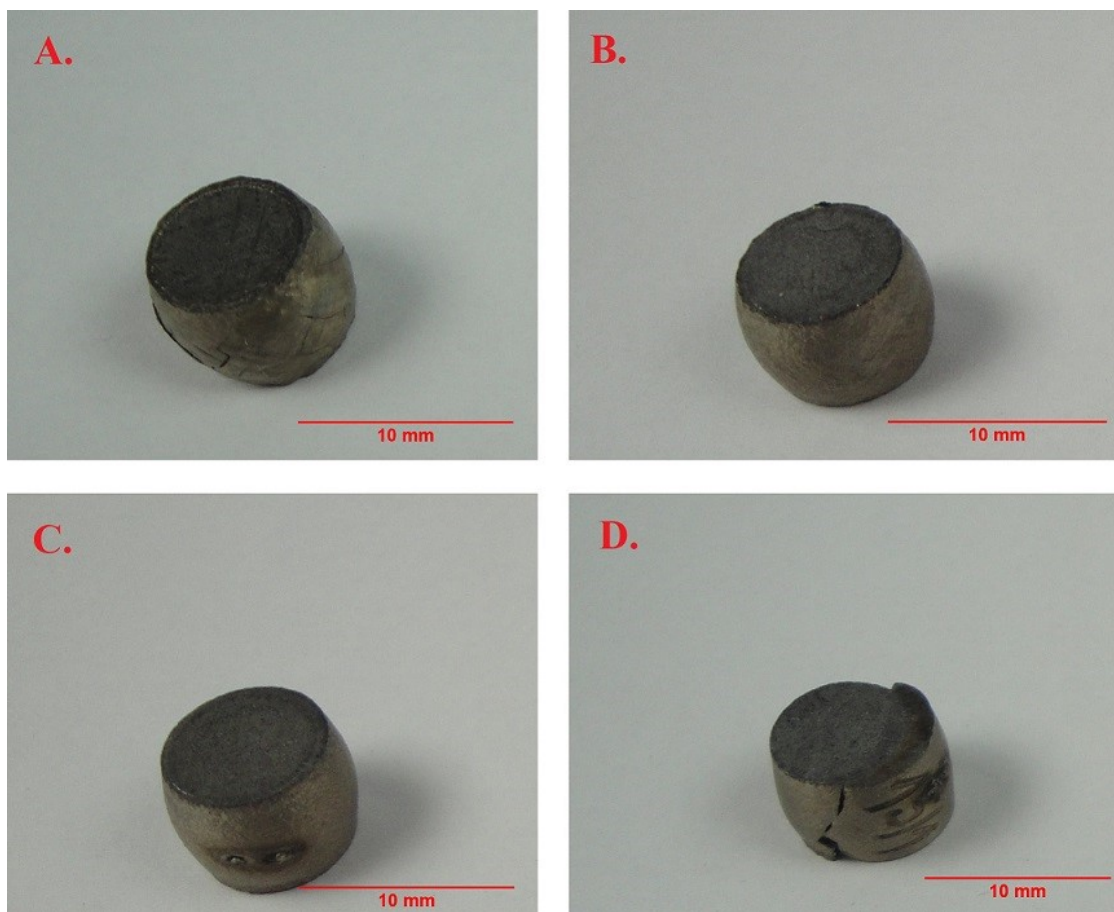
Vzorek 1011 (Ni-24Al-1Zr) v litém stavu, obsahuje ze všech čtyř zkoumaných litých vzorků největší podíl hliníku a zirkonia současně. Vzorek 1011 dosáhl nejvyšších mechanických hodnot v tlaku pro zkoumané lité vzorky. Mez kluzu dosáhla hodnoty 667 MPa a maximální hodnota skutečného napětí měla hodnotu 1283 MPa a tomu odpovídá hodnota deformace 0,3545.

Nejnižší hodnotu mechanických charakteristik v tlaku ze všech čtyř vzorků v litém stavu, a zároveň i ze všech zkoumaných vzorků, které prošly směrovou krystalizací, dosáhl litý vzorek 1013 (Ni-22Al-0,5Zr), který má nejnižší podíl hliníku a zirkonia současně.

Na závěr o těchto čtyřech slitinách můžeme říci, že s klesajícím procentuálním množstvím zirkonia a hliníku dochází u zkoumaných slitin k poklesu jejich mechanických vlastností. Vzhled vzorků po tlakových zkouškách lze pozorovat na obrázku 37 A–37 D.



Obr. 36 Porovnání napětí-ových křivek litých vzorků slitiny Ni-Al-Zr

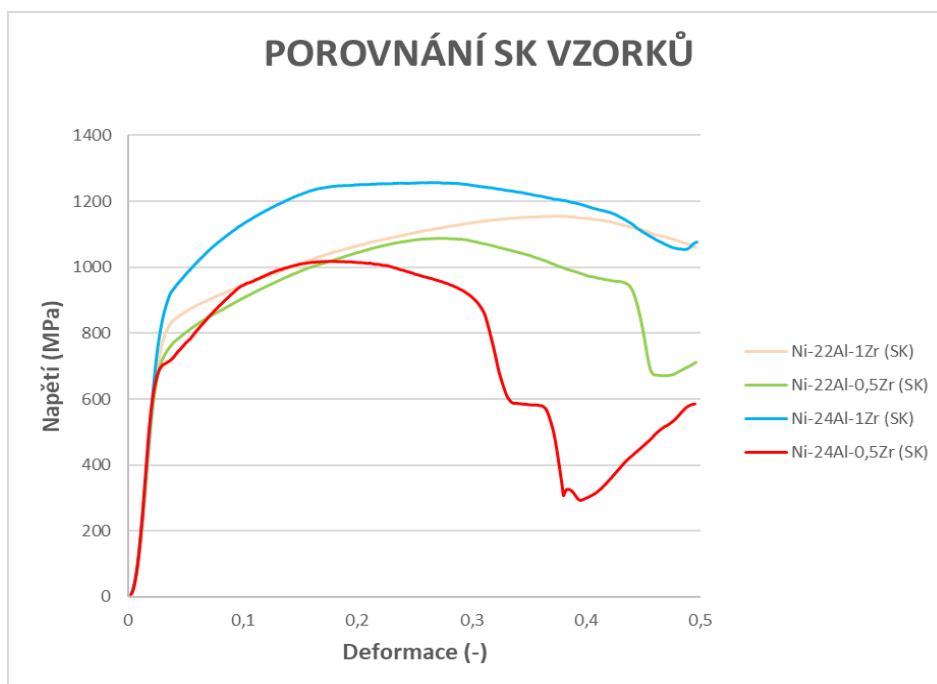


Obr. 37 Vzhled vzorků Ni-Al-Zr v litém stavu po tlakových zkouškách:
A. 1009; B. 1011; C. 1013; D. 1015

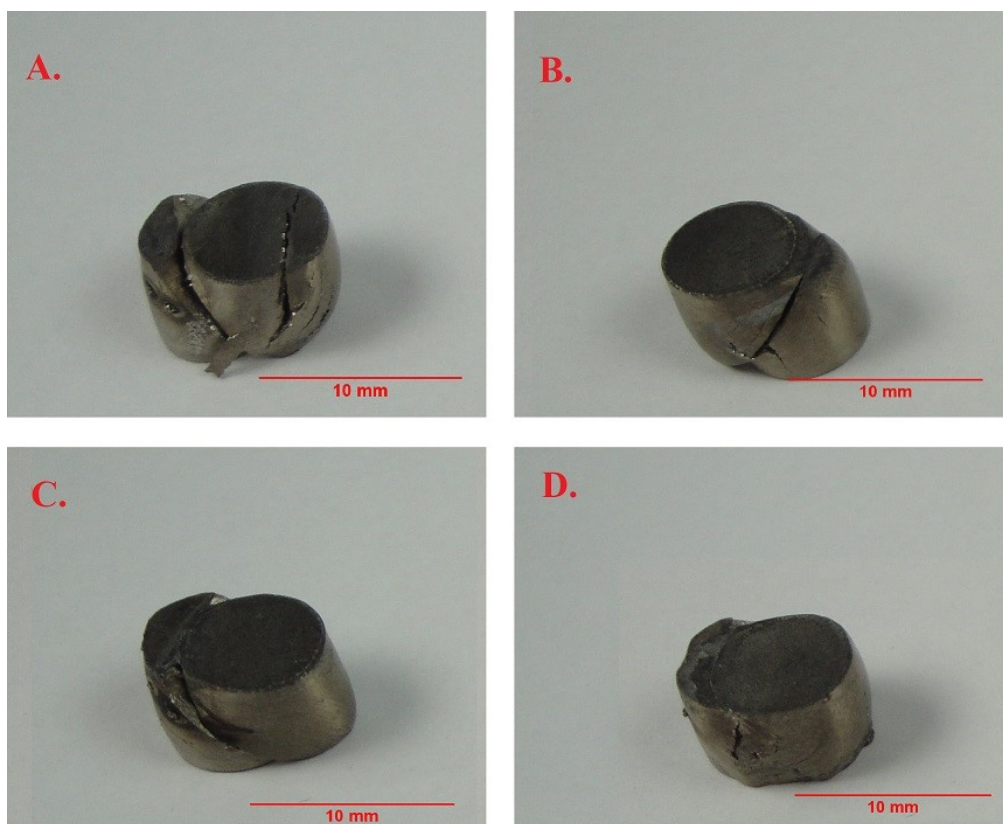
Tlakovými zkouškami také prošly čtyři směrově krystalizované vzorky, rychlost směrové krystalizace byla 50 mm/h. Konkrétně se jednalo o vzorky 1010, 1012, 1014 a 1016. Napětové křivky pro tyto vzorky můžeme vidět na obrázku 38.

I zde nejvyšších mechanických hodnot v tlaku dosahoval vzorek s největším obsahem zirkonia a hliníku zároveň – 1012 (Ni-24Al-1Zr). Mez kluzu byla určena na hodnotu 880 MPa, maximální hodnota skutečného napětí měla hodnotu 1261 MPa. Nejnižší hodnotu meze kluzu vykazoval vzorek 1014 s 640 MPa, avšak hodnota σ_{\max} dosáhla 1091 MPa, což není nejnižší hodnota, které dosáhl vzorek 1010 s hodnotou 1021 MPa. Tento rozdíl mechanických charakteristik v tlaku lze pravděpodobně přičíst chemické nebo strukturní nehomogenitě.

Vzhled směrově krystalizovaných vzorků po tlakových zkouškách zobrazuje obrázek 39 A–39 D. V porovnání s litým stavem (obr. 37) lze častěji vidět praskliny na vzorcích, tudíž je pravděpodobně možné, že směrově krystalizované vzorky mají tendenci praskat a budou křehčí oproti litým vzorkům.



Obr. 38 Porovnání napětíových křivek směrově krystalizovaných vzorků Ni-Al-Zr

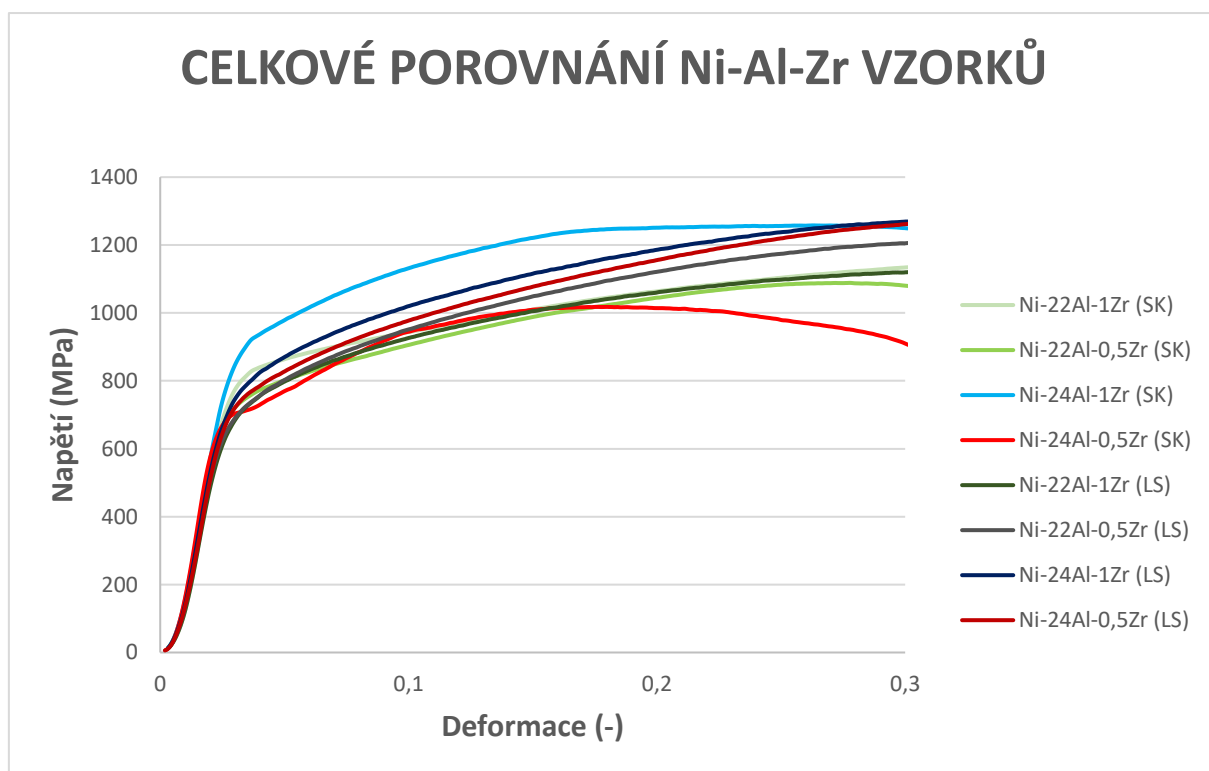


Obr. 39 Vzhled vzorků Ni-Al-Zr ve směrově krystalizovaném stavu po tlakových zkouškách:

A. 1010; B. 1012; C.1014; D.1016

Obrázek 40 spojuje všechny zjištěné hodnoty, ze kterých je vytvořen graf, který porovnává všech osm zkoumaných vzorků, které prošly tlakovou zkouškou do deformace 0,3.

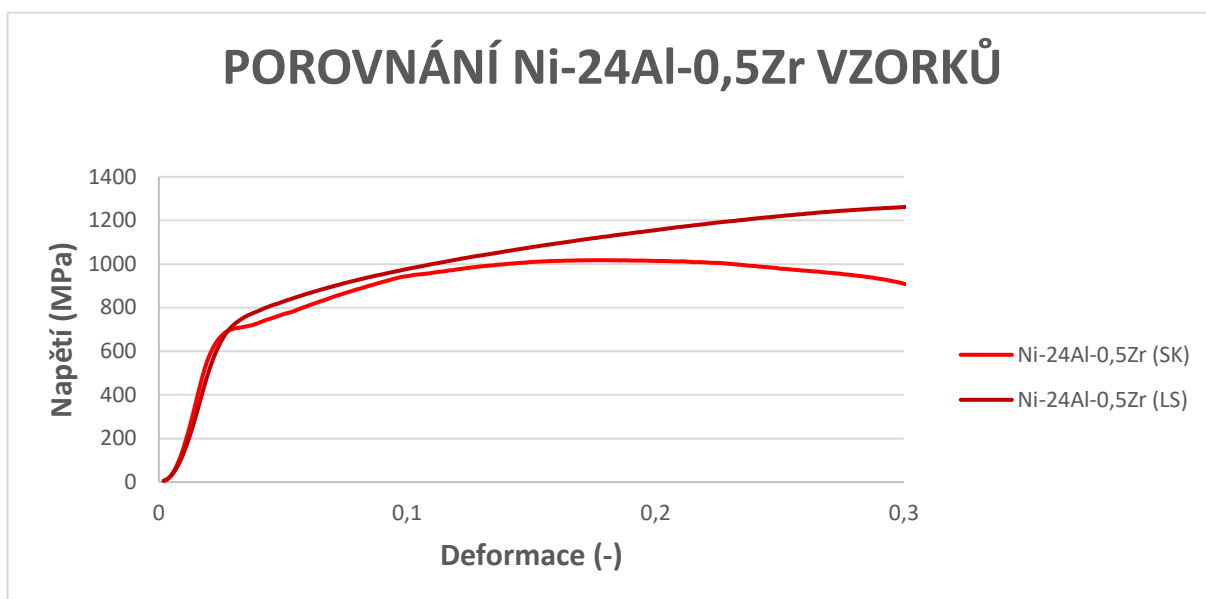
Z průběhu křivek na obr. 40 a hodnot z tabulky 18, lze stanovit, že vzorky ve směrově krystalizovaném stavu dosahují obecně vyšších hodnot meze kluzu (R_p), avšak mají mnohem menší maximální hodnotu skutečného napětí (σ_{max}) než vzorky lité. Pravděpodobně nejlepší zjištěné mechanické charakteristiky má vzorek 1012 o chemickém složení Ni-24Al-1Zr, mechanické charakteristiky ostatních vzorků se jeví víceméně stejné.



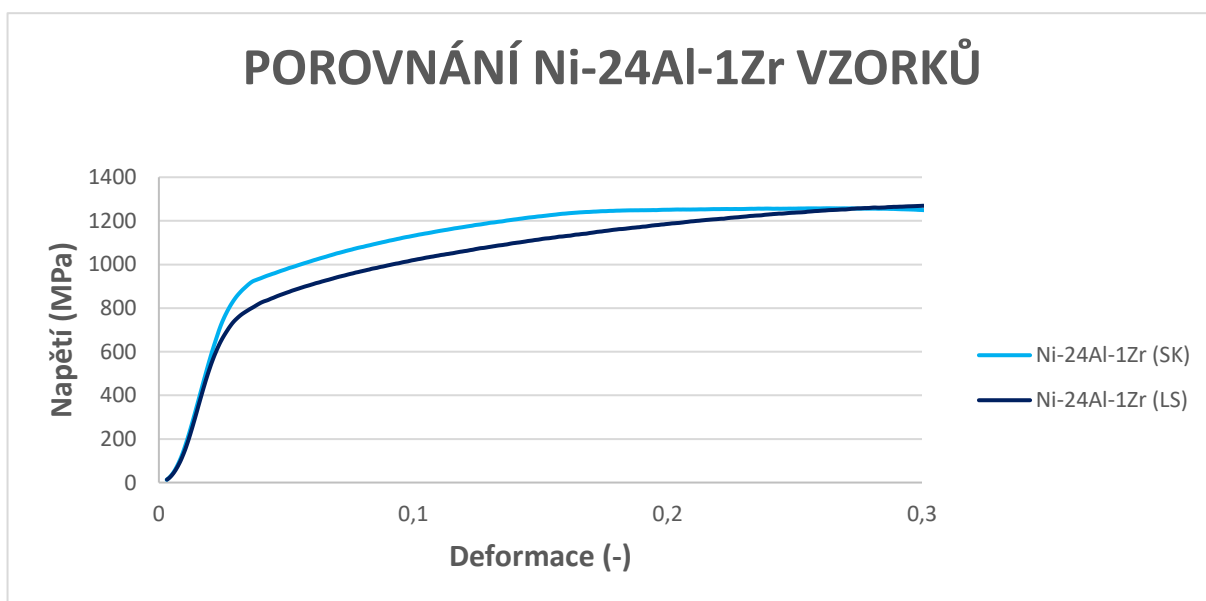
Obr. 40 Porovnání napětíových křivek všech zkoumaných vzorků

Při porovnání vzorků 1009 a 1010, které mají stejné složení – Ni-24Al-0,5Zr, ale jiný druh přípravy lze vidět, že směrově krystalizovaný vzorek 1010 má vyšší hodnotu kluzu, ale nižší hodnotu maximálního skutečného napětí než litý vzorek 1009. Průběh křivek obou porovnávaných materiálů můžeme vidět na obrázku 41.

Při porovnání vzorků 1011 a 1012, které mají totožné složení – Ni-24Al-1Zr, ale jiný druh přípravy lze pozorovat, že směrově usměrněný vzorek 1012 má vyšší hodnotu kluzu, ale nižší hodnotu maximálního skutečného napětí než litý vzorek 1011. Průběh křivek obou porovnávaných materiálů je zaznamenán na obrázku 42.

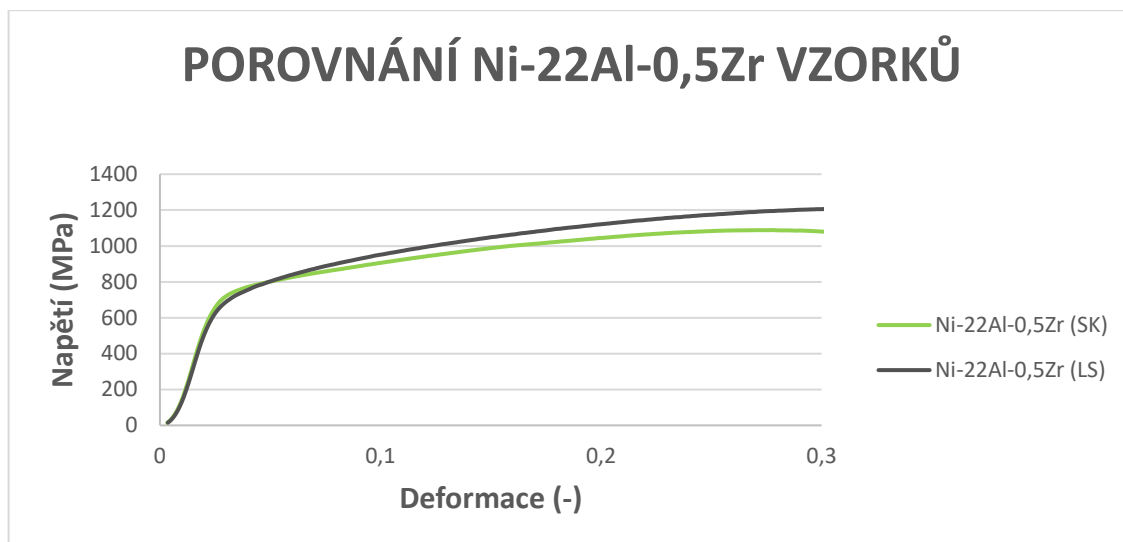


Obr. 41 Porovnání napěťových křivek vzorků 1009 a 1010



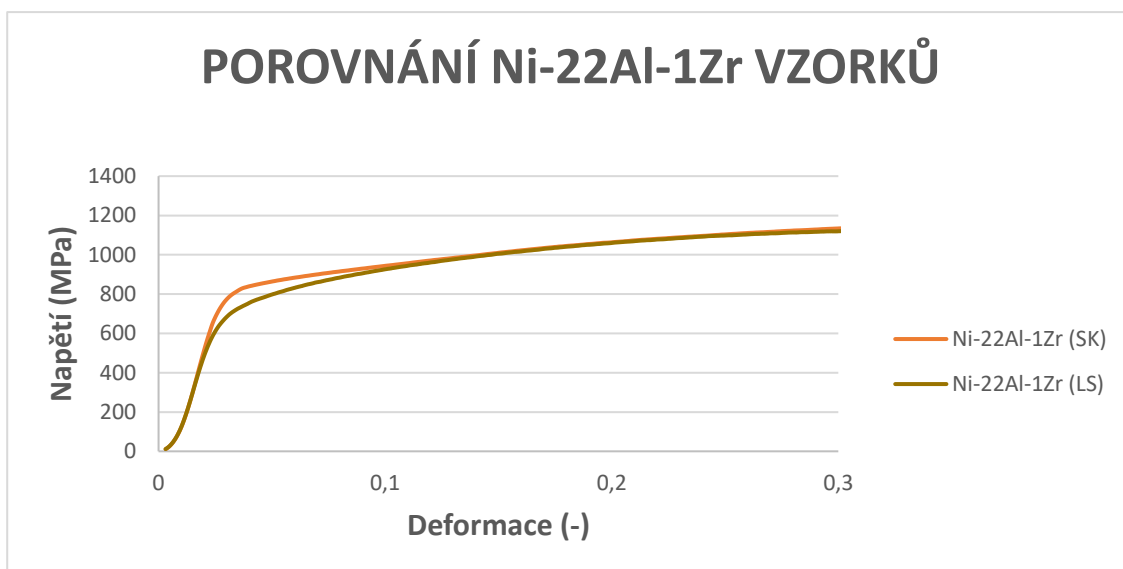
Obr. 42 Porovnání napěťových křivek vzorků 1011 a 1012

Při srovnání vzorků 1013 a 1014, které mají shodné složení – Ni-22Al-0,5Zr, ale odlišnou technologii přípravy lze pozorovat, že směrově krystalizovaný vzorek 1014 má vyšší hodnotu kluzu, ale menší hodnotu maximálního skutečného napětí než litý vzorek 1013. Průběhy křivek obou diskutovaných materiálů můžeme pozorovat na obrázku 43.



Obr. 43 Porovnání napěťových křivek vzorků 1013 a 1014

Při porovnání vzorků 1015 a 1016, které mají stejnou konzistenci – Ni-22Al-1Zr, ale různou technologii přípravy lze sledovat, že usměrněný vzorek 1016 má poněkud vyšší hodnotu kluzu, ale skoro totožnou hodnotu maximálního skutečného napětí jako vzorek 1015 s litou strukturou. Rozdíl hodnot σ_{\max} je pouze o 27 MPa ve prospěch slitiny 1016. Průběh křivek obou zmíněných materiálů můžeme vidět na obrázku 44.

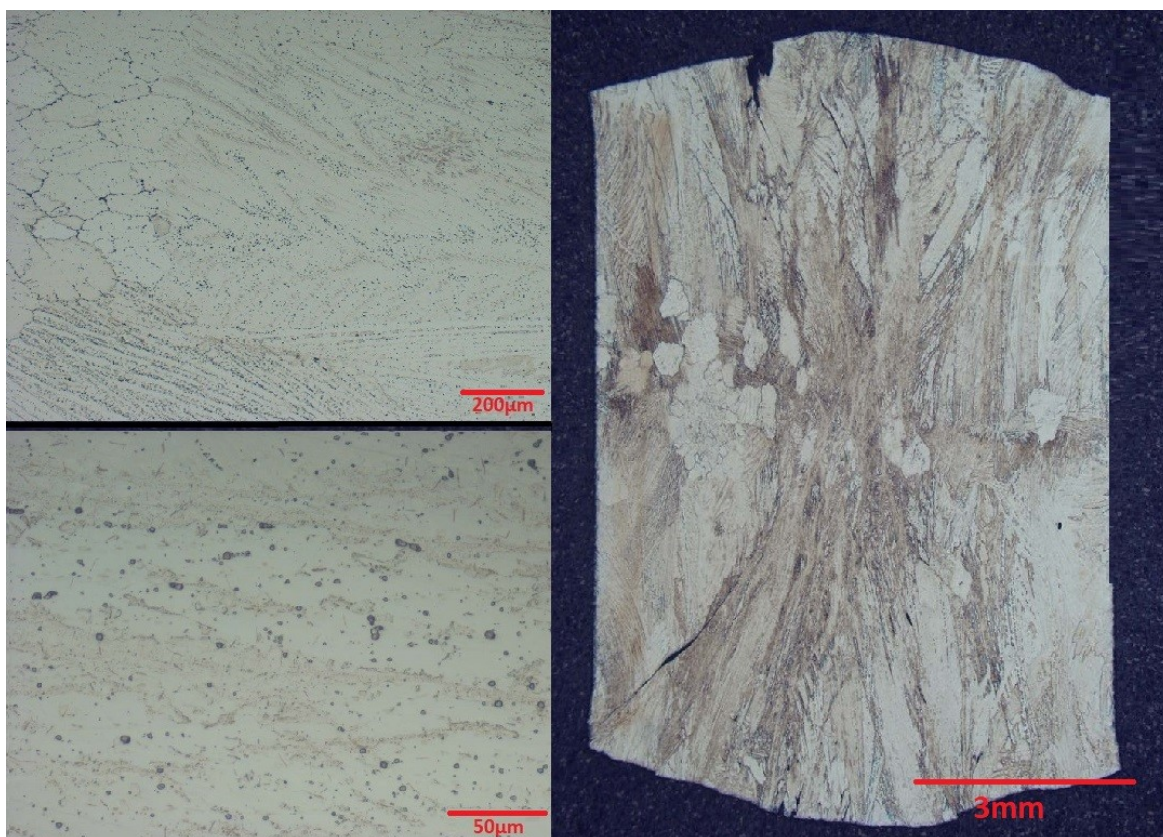


Obr. 44 Porovnání napěťových křivek vzorků 1015 a 1016

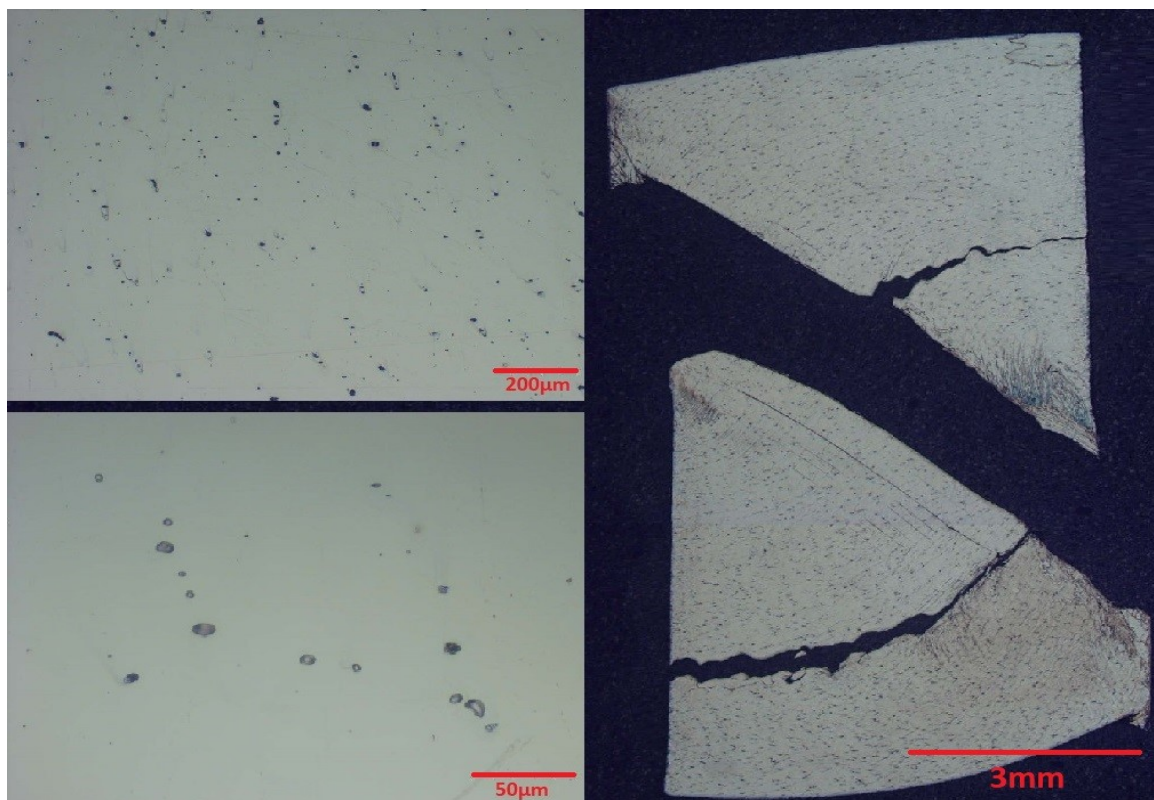
9.2.3. Mikrostruktura a makrostruktura slitin po tlakových zkouškách

Po tlakových zkouškách za zvýšené teploty (800 °C) byly vzorky značně zdeformovány. Pro metalografické pozorování struktury bylo nutné zdeformované vzorky rozřezat, zalisovat do vodivého bakelitu, vybrousit, naleštit a naleptat stejným postupem jako v kapitole 8.1. Vzorky byly podrobeny pozorování na metalografickém mikroskopu OLYMPUS GX 51.

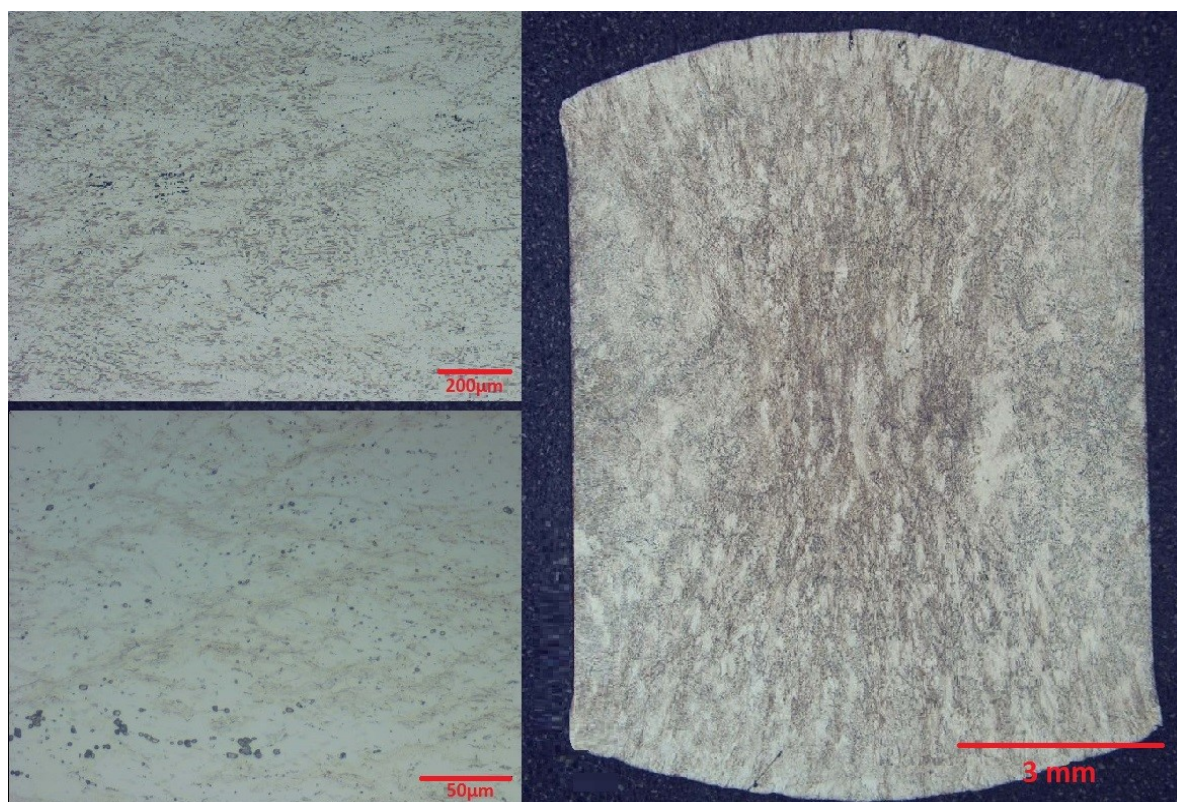
Pozorované struktury byly zachyceny na snímcích o různých optických rozlišeních. Obrázky 45–52 zachycují makrostrukturu i mikrostrukturu deformovaných vzorků v podélném řezu. Na makrosnímčích u usměrněných vzorků je patrné, že došlo k porušení vzorků ve směru namáhání. Tyto vzorky budou mít pravděpodobně větší náchylnost k praskání pod tlakem. U vzorku 1015 je na řezu patrná licí vada, což mohlo negativně ovlivnit výsledné hodnoty dosažené pevnosti. Přesto i tento vzorek dosahuje dobrých hodnot mechanických charakteristik.



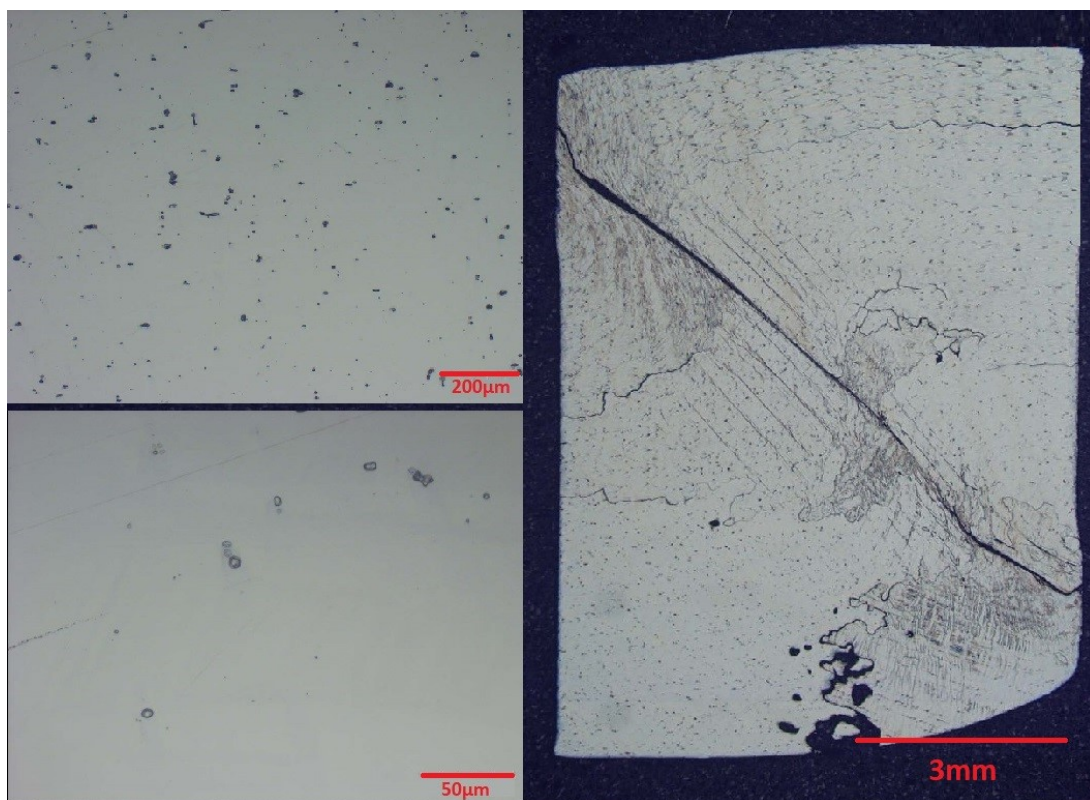
Obr. 45 Mikrostruktura a makrostruktura litého vzorku 1009 po tlakových zkouškách



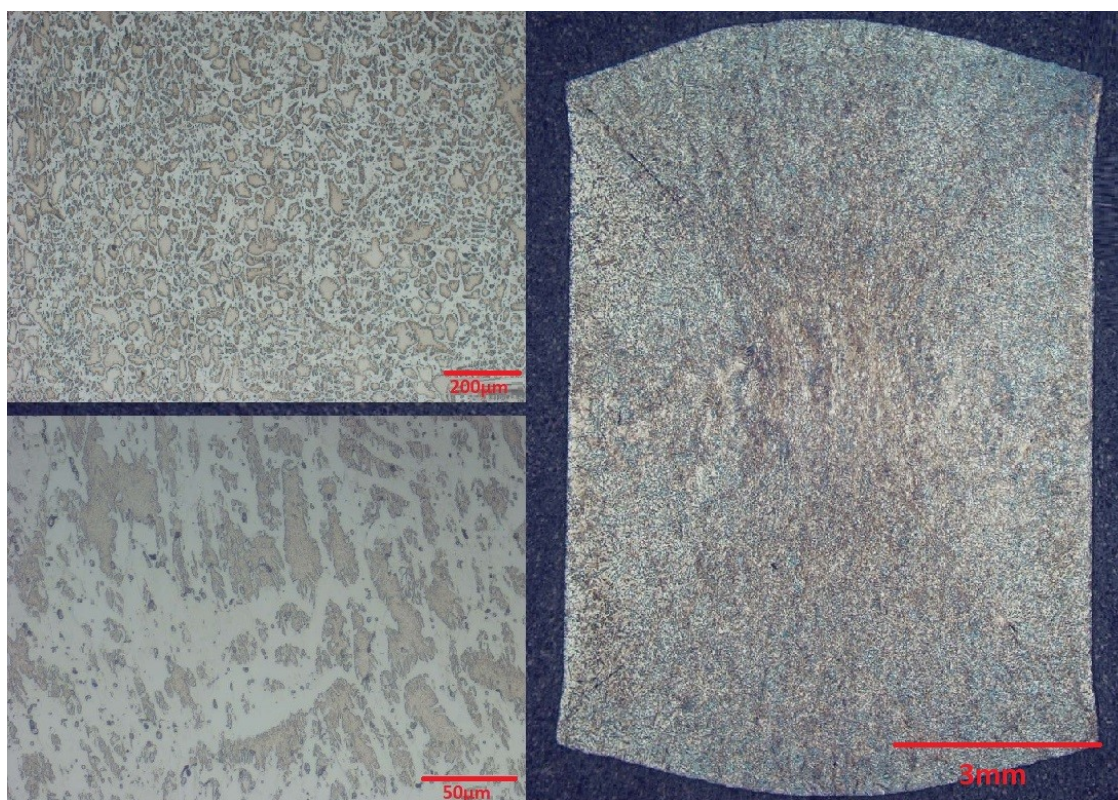
Obr. 46 Mikrostruktura a makrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 1010 po tlakových zkouškách



Obr. 47 Mikrostruktura a makrostruktura litého vzorku 1011 po tlakových zkouškách



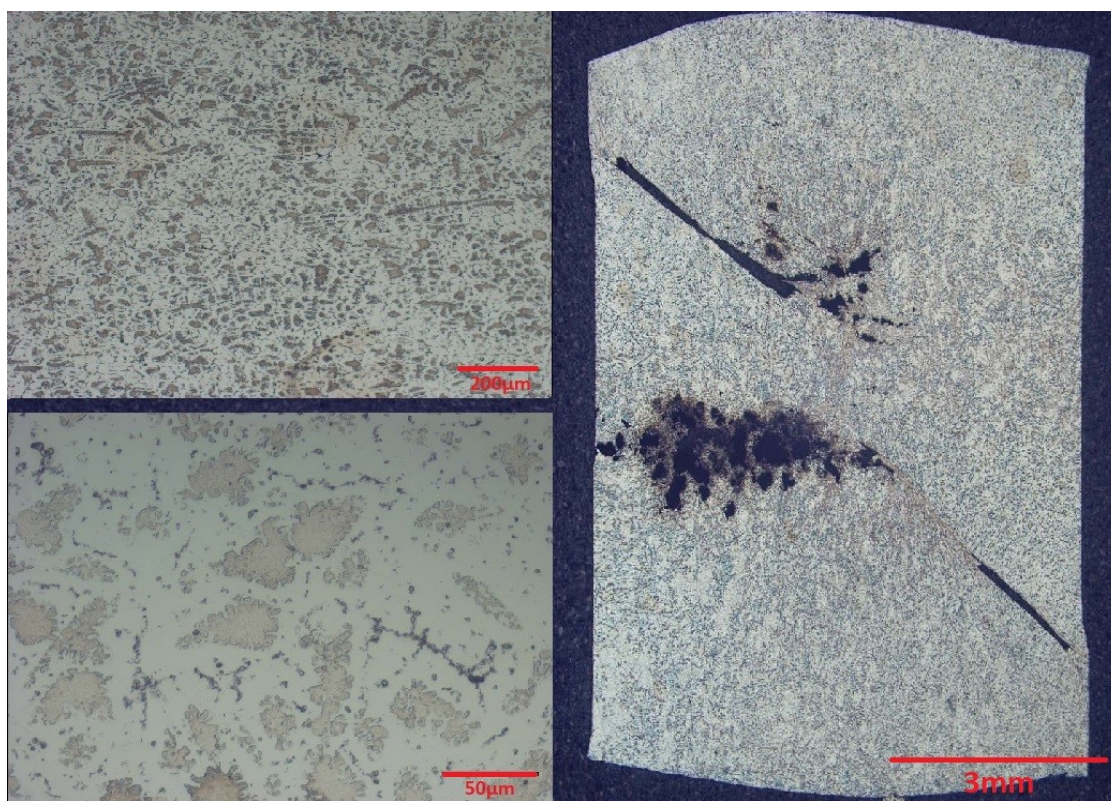
Obr. 48 Mikrostruktura a makrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 1012 po tlakových zkouškách



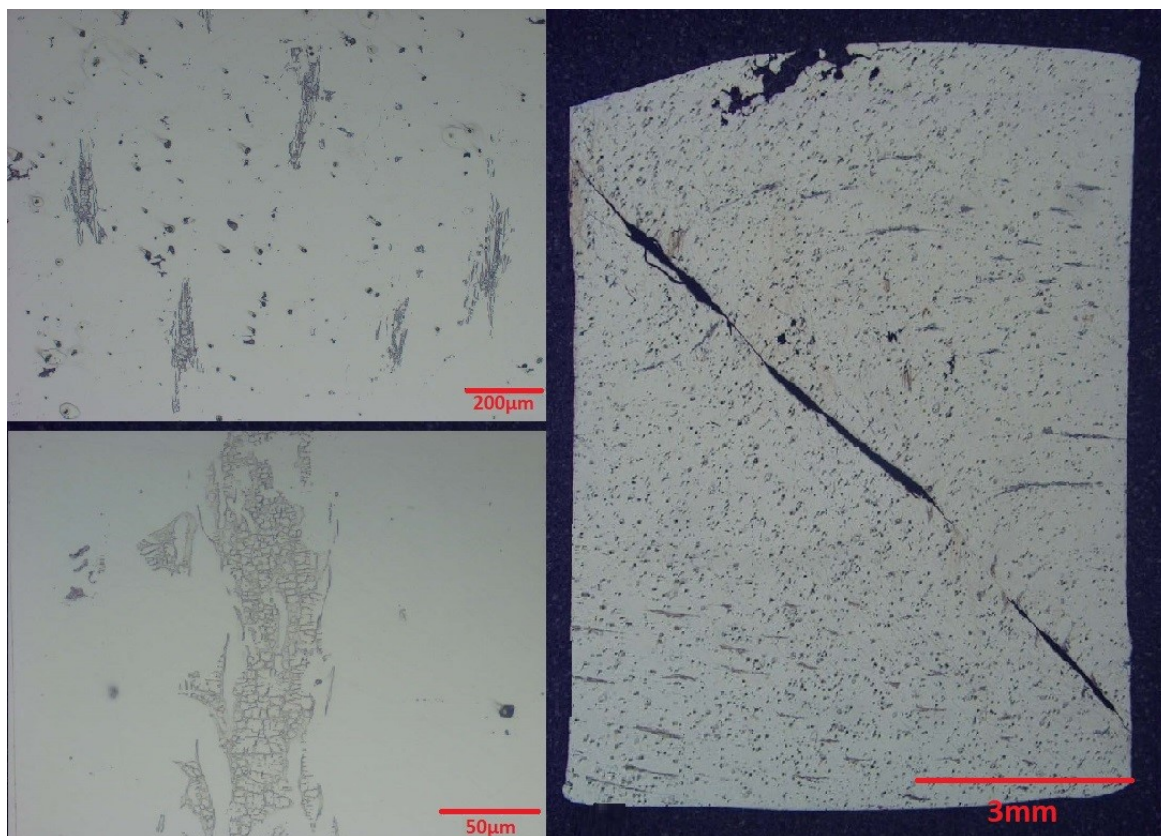
Obr. 49 Mikrostruktura a makrostruktura litého vzorku 1013 po tlakových zkouškách



Obr. 50 Mikrostruktura a makrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 1014 po tlakových zkouškách



Obr. 51 Mikrostruktura a makrostruktura litého vzorku 1015 po tlakových zkouškách



Obr. 52 Mikrostruktura a makrostruktura směrově krystalizovaného vzorku 1016 po tlakových zkouškách

10. Závěr

Hlavním cílem této diplomové práce bylo celkové porovnání vlastností litých a směrově krystalizovaných slitin typu Ni-Al-Zr. Dalším cílem bylo prohloubení znalostí v oblasti niklových slitin, superslitin a intermetalických slitin na bázi Ni_3Al .

V rámci praktické části této diplomové práce byly připraveny zkušební vzorky s rozdílným obsahem zirkonia a hliníku pomocí lití a směrové krystalizace. Následně byly vzorky hodnoceny z hlediska mikrostruktury a makrostruktury v nedeformovaném stavu, mikrotvrdosti dle Vickerse a pórovitosti. Poté byly vzorky podrobeny tlakovým zkouškám při teplotě 800 °C se zaznamenáním jejich mikrostruktury i makrostruktury.

Pomocí EDS analýzy jednotlivých vzorků bylo zjištěno, že se chemická konstituce vyrobených slitin zásadně neliší od požadovaného chemického složení na slitiny. Ve strukturách slitin byly určeny čtyři typy směsných fází. Prvním typem byla fáze Ni_3Al ochuzená o Zr, druhá fáze byla Ni_3Al obohacená o Zr (okolo 2 at. %), třetí fáze byla Ni_5Zr bohatá na Zr (okolo 10–18 at. %) a nakonec čtvrtá fáze v podobě tuhého roztoku Ni_5Al_3 bez přítomnosti Zr, která se případně vyskytovala u slitin typu Ni-24Al.

Následovaly izotermické tlakové zkoušky Ni-Al-Zr slitin jednoosým tlakem prováděné na plastometru Gleeble 3800 za teploty 800 °C. Vzorky pro tlakové zkoušky by ve tvaru válečku s průměrem 8 mm a délkou 12 mm. Z výsledků tlakových zkoušek byly stanoveny hodnoty meze kluzu, maximální hodnoty skutečného napětí, ze kterých byla zjištěna odpovídající hodnota deformace.

Ze zjištěných informací můžeme konstatovat, že zkušební vzorky v litém stavu dosahovaly vyšších hodnot maximálního napětí, ale nižších hodnot meze kluzu než směrově krystalizované vzorky. U obou typů Ni-Al-Zr vzorků dochází k nárůstu mechanických vlastností se zvyšujícím se procentuálním obsahem zirkonia a hliníku zároveň.

Směrově krystalizovaná slitina s nejvyšším obsahem hliníku a zirkonia dosahovala meze kluzu okolo 800 MPa a maximální hodnota skutečného napětí dosáhla přes 1200 MPa. Oproti tomu slitina se stejnou konzistencí, ale v litém stavu s nejvyššími obsahy hliníku a zirkonia dosahovala meze kluzu okolo 600 MPa a maximálního napětí kolem 1300 MPa.

Závěrem bylo zjištěno, že velký vliv na mechanické vlastnosti materiálu typu Ni-Al-Zr má samotná příprava i chemické složení slitiny. Pro praktické využití by bylo vhodné provést do budoucna ještě izotermické tlakové zkoušky za vyšších teplot než 800 °C.

11. Zdroje a literatura

- [1] The Hudson Institute of Mineralogy: Nickel mineral information and data, Mineralogy Database – Mineral Collecting, [online], 1993 [cit. 22.01.2018]. Dostupné z: <https://www.mindat.org/min-2895.html>.
- [2] Periodická tabulka prvků: Nikl, [online], 1998 [cit. 13.01.2018]. Dostupné z: <http://www.tabulka.cz/prvky/ukaz.asp?id=28>.
- [3] HPALLOYS: Nickel 200 (UNS N02200), [online], 2017 [cit. 14.01.2018]. Dostupné z: <https://www.hpalloy.com/Alloys/descriptions/NICKEL200.aspx>
- [4] Periodic Table: Technical data for the element Nickel, [online], 2017 [cit. 14.01.2018]. Dostupné z: <http://periodictable.com/Elements/028/data.html>
- [5] LOSERTO VÁ, M. *Progresivní materiály*, učební text, 1. vyd., VŠB – TU, Ostrava, 2012, 268 s., ISBN 978-80-248-2575-5.
- [6] The Metals & Materials Society: A Primer and History, [online] 2012 [cit. 14.01.2018]. Dostupné z: <http://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html>
- [7] JONŠTA, Z., et al. *Žárupevné oceli a slitiny*. 1. vyd. Ostrava: VŠB – TU Ostrava, 2009, 392 s., ISBN 978-80-248-2187-0.
- [8] SILBERNAGEL, A. *Struktura, vlastnosti, zkoušení a použití kovů*, 1. vyd., Kovosil Ostrava, 2011, 284 s., ISBN 978-80-903694-6-7.
- [9] MACEK, K., et al. *Kovové materiály*, 1. vyd., ČVUT Praha, 2006, 164 s., ISBN 80-01-03513-1.
- [10] DONACHIE, M. J., DONACHIE, S. J. *Superalloys: A Technical Guide*, 2. vyd., Materials Park, USA: ASM International, 2002, 439 s., ISBN: 978-0-87170-749-9.
- [11] Special Metals Company: High-Performance Alloys, USA: Special metals corporation, [online] 2017 [cit. 14.01.2018]. Dostupné z: <http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/pcc-8064-sm-alloy-handbook-v04.pdf>
- [12] Special Metals Company: Alloys, USA: Special metals corporation, [online] 2017 [cit. 14.01.2018]. Dostupné z: <http://www.specialmetals.com/tech-center/alloys.html>

- [13] MAZANCOVÁ, E. *Materiály pro náročné technické aplikace*, 1. vyd., VŠB-TU, Ostrava, 2008, 62 s.
- [14] SIKKA, V. K., et al. Advances in processing of Ni₃Al-based intermetallics and applications, 2000, Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA. *Intermetallics* 8. G.Britain: Elsevier Science Limited 1320–1340 s.
- [15] KURSA, M. Technologické a fyzikálně metalurgické charakteristiky intermetalické sloučeniny Ni₃Al. In *Sborník vědeckých prací VŠB – TU*, 1. vyd., VŠB – TU Ostrava, 2000, XLVI, čl. 1185., 122 s., ISBN 80-7078-871-2.
- [16] DEEVI, S. C., SIKKA, V. K. *Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications*, 1995, Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Lab., Tennessee, USA. IMC 4. GB: Elsevier Science Limited, 357–375 s.
- [17] US National Library of Medicine National Institutes of Health: Applications of Ni₃Al Based Intermetallic Alloys, [online] 2018 [cit. 04.02.2018]. Dostupné z: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC5455558/>
- [18] LICHÝ, P., ELBEL, T. *Speciální metody výroby odlitků*. Studijní opora, FMMI, VŠB-TU Ostrava, 2008, 95 s.
- [19] STROJNÍ LYCEUM, Odlévání, [online], 2016 [cit. 05.02.2018]. Dostupné z: <http://www.strojnilyceum.wz.cz/maturita/tep/odlevani.pdf>
- [20] LOSERTO VÁ, M. *Technologie speciálních slitin*: učební text. Vyd. 1., FMMI, VŠB-TU Ostrava, 2013, 156 s., ISBN 978-80-248-3379-8.
- [21] POPOVIČ, J. *Studium fázových rovnováh v niklových slitinách s intermetalickými fázemi*. Disertační práce, Masarykova univerzita, školitel: doc. RNDr. P. Brož, Ph.D., Brno, 2009, 103 s.
- [22] Materials engineer: Lopatky vysokotlakového stupňa spaľovacích turbínových motorov, [online] 2009 [cit. 05.02.2018]. Dostupné z: <http://www.materialing.com/turbiny>
- [23] Cannon Muskegon: Vacuum melt, [online] 2018 [cit. 05.02.2018]. Dostupné z: <http://cannonmuskegon.com/?s=vacuum+melt>
- [24] KUCHAR, L., DRÁPALA, J. *Metalurgie čistých kovů: Metody rafinace čistých látek*, 1. vyd. Košice: Nadácia R. Kammela, 2000, 170 s., ISBN 80-7099-471-1.

- [25] MDPI: Rare-Earth Calcium Oxyborate Piezoelectric Crystals $\text{ReCa}_4\text{O}(\text{BO}_3)_3$: Growth and Piezoelectric Characterizations, [online] 2014 [cit. 08.02.2018]. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/2073-4352/4/3/241/htm>
- [26] JIANG, L., Li, S., HAN, Y. Investigation on selection crystal behavior of a Ni_3Al based single crystal superalloys IC6SX, 2011, National Center for Materials Service Safety, University of Science and Technology Beijing, Beijing, China. *Procedia Engineering* 27. Great Britain: Elsevier Science Limited, 2012, 1135–1140 s.
- [27] JÓŹWIK, P., BOJAR, Z. Influence of heat treatment on structure and mechanical properties of Ni_3Al (Zr, B) intermetallic alloy, 2007. Wydawnictwo SIGMA-NOT, *Inżynieria Materiałowa*, Vol. 28, nr 3-4, 169-174 s.
- [28] YU-FANG, L., JIAN-TING, G., YI-FU, S. *Influence of recrystallization and environment on tensile behavior of cold-rolled Ni 3Al(Zr) alloys*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China – TRANS NONFERROUS METAL SOC CH, 2006, 368-375 s.
- [29] ASM Alloy Phase Diagrams Center: Al-Ni-Zr Phase Diagram, [online] 2006–2018, veřejnosti nedostupné [cit.07.04.2018]. Dostupné z: <http://www.asminternational.org/AsmEnterprise/APD>
- [30] MICHNA, Š. *Encyklopedie hliníku*, Adin, 2005, 700 s., ISBN 80-8904-188-4
- [31] Gleeble: Thermal-Mechanical physical simulation systém – Gleeble 3800 GTC, [online] 2018 [cit.08.04.2018]. Dostupné z: <https://www.leeble.com/products/leeble-systems/leeble-3800.html>